FRESENIUS'
ZEITSCHRIFT FÜR ANALYTISCHE CHEMIE

BEGRÜNDET VON REMIGIUS FRESENIUS

HERAUSGEGEBEN VON

W. FRESENIUS UND A. KURTENACKER

139. BAND

SECHSTES (SCHLUSS-) HEFT

MIT 7 ABBILDUNGEN IM TEXT

SPRINGER-VERLAG BERLIN · GÖTTINGEN · HEIDELBERG

J. F. BERGMANN · MÜNCHEN

1953

Z.anal. Chem.

Fresenius' Zeitschrift für analytische Chemie.
Begründet 1862 und herausgegeben bis Band 20 (1881) von *C. Remigius Fresenius*, bis Band 36 (1897) von *C. Remigius* und *Heinrich Fresenius*, Band 37—58 herausgegeben von *Heinrich* und *Wilhelm Fresenius* und *Ernst Hinz*, Band 59 (1920) bis Band 105 von *Wilhelm Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 105 (1936) von *Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 106—127 (1944) von *Remigius Fresenius*, Band 128 (1948) herausgegeben von *A. Kurtenacker* und ab Band 129 (1949) von *W. Fresenius* und *A. Kurtenacker*.
Bis Band 58 (1919) Wiesbaden, C. W. Kreidel, Band 59—62 (1922) Wiesbaden, C. W. Kreidel und München, J. F. Bergmann, Band 53—127 (1944) München, J. F. Bergmann, ab Band 128 (1948) München, Bergmann und Berlin, Springer.

Die **„Zeitschrift für analytische Chemie"** erscheint nach Maßgabe des eingehenden Materials in Heften, die zu Bänden vereinigt werden. Der Preis des Bandes beträgt DM 58.—. Sie bringt als „Originalabhandlungen" selbständige Untersuchungen aus allen Gebieten der analytischen Chemie.

Es wird ausdrücklich darauf aufmerksam gemacht, daß mit der Annahme des Manuskripts und seiner Veröffentlichung durch den Verlag das ausschließliche Verlagsrecht für alle Sprachen und Länder an den Verlag übergeht. Grundsätzlich dürfen nur Arbeiten eingereicht werden, die vorher weder im Inland noch im Ausland veröffentlicht worden sind, und die auch nachträglich nicht anderweitig zu veröffentlichen der Autor sich verpflichtet.

Es ist ferner ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlages nicht gestattet, photographische Vervielfältigungen, Mikrofilme, Mikrophote u. ä. von den Zeitschriftenheften, von einzelnen Beiträgen oder von Teilen daraus herzustellen.

Der „Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie" enthält, zum Teil in Form von Sammelberichten, kritische Referate über die auf den einzelnen Gebieten an anderer Stelle veröffentlichten Arbeiten über analytische Chemie.

Originalarbeiten und alle sie betreffenden Zuschriften sind zu richten an die

Redaktion der Zeitschrift für analytische Chemie,
Wiesbaden, Kapellenstraße 11/15.

Für Originalabhandlungen wird ein Unkostenersatz von DM 32.— je Druckbogen, jedoch nicht mehr als 1½ Druckbogen für einen Beitrag vergütet.

Die Mitarbeiter erhalten von ihrer Arbeit zusammen 40 Sonderdrucke.

Auf möglichst rasche Veröffentlichung der eingelaufenen Arbeiten wird besonderer Wert gelegt.

J. F. Bergmann
München 27, Trogerstraße 56
Fernsprecher 40535

Springer-Verlag
Heidelberg, Neuenheimer Landstraße 24
Fernsprecher 2440

Berlin W 35, Reichpietschufer 20
Fernsprecher 249251

Vertriebsvertretung im Ausland:
Lange, Maxwell & Springer Ltd., 242 Marylebone Road, London N. W. 1

Band 139 **Inhaltsverzeichnis.** Heft 6

Originalabhandlungen. Seite

Lydersen, D., Indirekte polarographische Bestimmung von Aluminium in Anwesenheit von Eisen(III) und Calcium. Mit 3 Textabbildungen . . . 401

Foschini, A., Die elektrolytische Abscheidung des Zinns aus seinen Chlorverbindungen. II. Abscheidung aus Zinn(IV)-salzlösungen 408

Geilmann, W., und **G. Bretschneider,** Ein Beitrag zur mikrochemischen Sulfatbestimmung nach dem Chromatverfahren 412

Pohl, F. A., Methoden zur spektrochemischen Spurenanalyse. II. Zur Spurenanalyse von pflanzlichen Materialien 423

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in dieser Zeitschrift berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, daß solche Namen im Sinn der Warenzeichen- und Warenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Aus dem Institut für Bodenkunde der Landwirtschaftlichen Hochschule, Vollebekk, Norwegen.

Indirekte polarographische Bestimmung von Aluminium in Anwesenheit von Eisen(III) und Calcium.

Von

DAGFIN LYDERSEN.

Mit 3 Textabbildungen.

(Eingegangen am 29. Mai 1953.)

Die direkte polarographische Bestimmung von Aluminium erfolgt bekanntlich bei stark negativem Potential (etwa —1,7 V)[1]. Sie ist nur in schwach saurer, ungepufferter Lösung möglich, und die abzumessende Stufe ist dabei zwischen einer katalytischen Wasserstoffstufe und einer die Aufnahme abschließenden Wasserstoffstufe eingeklemmt, so daß die Messung stark erschwert wird. Bei Bestimmung verhältnismäßig kleiner Konzentrationen ist es außerdem notwendig, die Lösung sehr sorgfältig zu entlüften. Die direkte polarographische Bestimmung von Aluminium kann somit nur sehr begrenzte Anwendung finden, und es scheint deshalb angebracht, die Brauchbarkeit der in einer früheren Arbeit beschriebenen indirekten polarographischen Methode[2] bei der Aluminiumbestimmung zu prüfen.

In der vorliegenden Arbeit wird die indirekte Bestimmung von Aluminium mit Hilfe von Versenat (Äthylendiamintetraacetat) untersucht. Die Anwesenheit von Eisen(III) und Calcium in der zu analysierenden Lösung wird berücksichtigt. Auf eine Untersuchung der Störung durch andere Erdalkalisalze wird deshalb verzichtet, weil mit Hilfe der von SCHWARZENBACH u. ACKERMANN[3] gefundenen Massenwirkungskonstanten schon auf theoretischem Wege[2] gezeigt werden kann, daß die Störung der Analyse durch die anderen Erdalkalien kaum so groß sein wird wie diejenige, die durch Calcium hervorgerufen wird.

Bei Eisen(III)-salz wurde gezeigt, daß dieses immer in das Schlußergebnis der Analyse einbezogen wird. Diese Arbeit soll sich deshalb darauf beschränken, die Brauchbarkeit der indirekten Methode für die Bestimmung der Summe des Eisen(III)-salzes und des Aluminiumsalzes in der Lösung zu prüfen. Das Aluminium ist dann als Differenz zwischen dieser Summe und der auf anderem Wege ermittelten Menge von Eisen(III) zu ermitteln.

Wenn das sorgfältige Entlüften von Sauerstoff nicht für den Analysenzweck zu viel Zeit beansprucht, dürfte die von LINGANE[4] geprüfte Citratgrundlösung oder die von KOLTHOFF u. AUERBACH[5] geprüfte

Versenatgrundlösung für die Eisen(III)-Bestimmung zu empfehlen sein. Sonst mag eine Titration des Eisen(III)-salzes mit Versenat[6] in manchen Fällen rasch zum Ziele führen.

Experimentelle Anordnung.

Die polarographischen Aufnahmen wurden mit einem Polarographen der Marke „Radiometer" ausgeführt. Als unpolarisierbare Elektrode wurde eine gesätt. Kalomelelektrode verwendet, die durch eine KCl-Agar-Brücke mit der zu untersuchenden Lösung verbunden war. Um einen Übergang von für die Analyse unerträglichen Chloridmengen von der Agarbrücke in die zu analysierende Lösung zu vermeiden, wurde das für die zu untersuchende Lösung abgesehene Ende der Brücke vor Gebrauch und zwischen den Messungen in der Grundlösung aufbewahrt.

Sämtliche verwendeten Glasgeräte waren vor dem Gebrauch mit frisch bereiteter Dichromat-Schwefelsäure, destilliertem Wasser, starker Versenatlösung und wieder gründlich mit destilliertem Wasser gewaschen.

Angewendete Stammlösungen.

Pufferstammlösung: Eine Lösung von 40 g NaOH (p. a.) und 115 ml Eisessig wird mit destilliertem Wasser auf 2 l verdünnt.

Versenatlösung wurde hergestellt durch Auflösen von 1,709 g Tetranatriumversenat in 500 ml destilliertem Wasser.

0,100 n Eisen(III)-lösung wurde hergestellt durch Auflösen von 1,3375 g Fe_2O_3 (p. a., KAHLBAUM) in wenig konzentrierter Salzsäure, Eindampfen auf dem Wasserbade, vorsichtiges Abrauchen der Salzsäure mit 1 ml konzentrierter Schwefelsäure und Verdünnen auf 500 ml mit destilliertem Wasser. (Genaue Konzentration der Lösung: 0,1005 n.)

0,10 n Aluminiumlösung wurde hergestellt durch Auflösen von 7,9021 g Kaliumaluminiumalaun in 500 ml destilliertem Wasser. Die Konzentration dieser Lösung wurde durch Fällung des Aluminiums als Oxinat[7] zu 0,09901 n ermittelt.

0,5%ige Gelatinelösung ist stets frisch zu bereiten.

Versuche und Diskussion.

a) Die Versenatstufe.

Die anodische Versenatstufe ist von MATYSKA u. KÖSSLER[8] beschrieben worden. Abb. 1 zeigt eigene Aufnahmen dieser Stufe bei wechselnden p_H-Werten. Die untersuchte Lösung war hergestellt durch Zugabe von 25 ml etwa 0,1 m Versenatlösung und 25 ml 0,5%iger Gelatinelösung zu 500 ml 0,2 m Natriumacetatlösung. Die Wasserstoff-Ionenkonzentration wurde vor der einzelnen Aufnahme durch kleine Zusätze von 20 n Schwefelsäure eingestellt und nach der Aufnahme in einer kleinen Probe mit der Glaselektrode gemessen.

Der eigenartige Verlauf der Kurve *d* dieser Figur ist in der Arbeit von MATYSKA u. KÖSSLER nicht erwähnt worden. Er wurde im p_H-Bereich zwischen 4 und 4,5 beobachtet, und zeigt das Bild einer irreversiblen Erhöhung des Depolarisationsstromes. In Abb. 2 ist diese Kurve bei p_H 4,1 neben dem durch Zusatz einiger Aluminiumalaunkriställchen erhaltenen Grundstrom gezeigt. Die Empfindlichkeit war bei dieser Aufnahme die Hälfte derjenigen, die bei den Aufnahmen der Abb. 1 benutzt

wurde. Diese Aufnahme gibt den Anschein einer Verdoppelung der Stufenhöhe in diesem p_H-Bereich.

Diese Störung der Stufenabmessung macht eine Anwendung der Stufe im p_H-Intervall von 4—4,5 unbequem. Aus diesem Grunde zog man es vor, die vorliegenden Untersuchungen beim maximalen Puffervermögen des Acetatpuffers (etwa p_H 4,7) durchzuführen. Eine weitere Steigerung des p_H-Wertes würde die Wirkung von Erdalkalien auf das Analysenergebnis unnötig steigern.

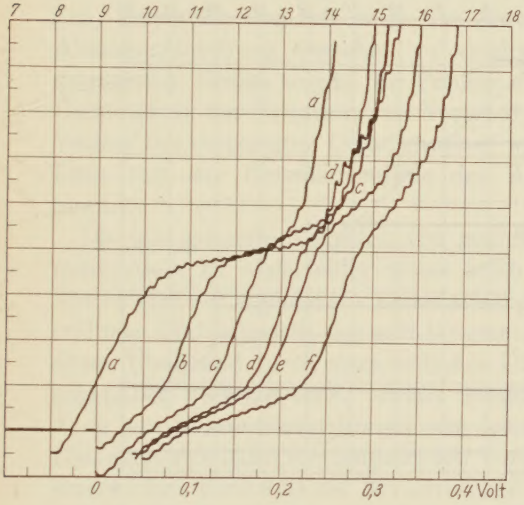

Abb. 1.

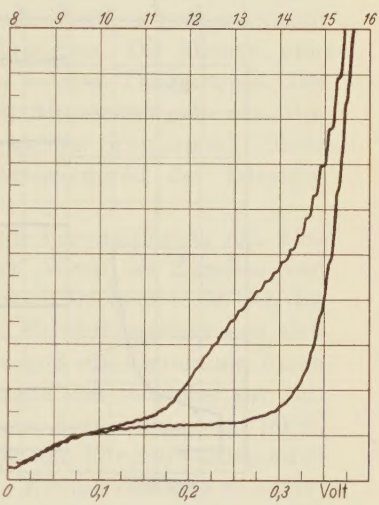

Abb. 2.

Abb. 1. Die anodische Versenatstufe als Funktion des p_H-Wertes. Grundlösung: 0,2 m Natriumacetat, 10^{-3} m Versenat und 0,05%ige Gelatinelösung. Galvanometerempfindlichkeit: $^1/_{100}$. Der p_H-Wert wurde durch Zusätze von Schwefelsäure eingestellt. Er betrug bei den einzelnen Kurven: a: 7,72; b: 6,02; c: 5,00; d: 4,20; e: 3,86; f: 2,90.

Abb. 2. Die anodische Versenatstufe bei p_H 4,1. Grundlösung wie bei Abb. 1. Galvanometerempfindlichkeit $^1/_{200}$.

Die Abmessung der Versenatstufe dieser Strom-Spannungskurven ist schwierig. Da auf eine Entfernung von Luftsauerstoff verzichtet werden sollte, geht der Anfang der Stufe direkt in die kathodische Sauerstoffstufe über, während der Abbruch der Stufe durch Reaktion des Quecksilbers mit Wasser oder Hydroxyl-Ionen so rasch erfolgt, daß ein klarer Sättigungsstrom kaum erkannt werden kann. Bei festgelegter Wasserstoff-Ionenkonzentration und festgelegtem Potential ist aber die Höhe der Versenatstufe der Konzentration proportional, so daß es ausreicht, die Stromstärke unter diesen Bedingungen zu messen. Eine genaue Festlegung der Stufenhöhe fordert aber auch eine Festlegung des Grundstromes, der sich nicht ohne weiteres aus der Strom-Spannungskurve ergibt. Er läßt sich dadurch bestimmen, daß man das vorliegende

Versenat durch einen kleinen Überschuß eines Komplexbildners (z. B. Eisensulfat) aus der zu untersuchenden Lösung entfernt, und eine neue Messung der Stromstärke am selben Potential durchführt. Die Potentialabhängigkeit der Stromstärke ist unmittelbar vor dem Einsetzen der Reaktion des Quecksilbers mit Wasser am kleinsten, und dieser Spannungsbereich ist deshalb für die Abmessung der Kurvenhöhe vorteilhaft. Das geeignete Potential läßt sich im Einzelfalle bequem aus der Strom-Spannungskurve der Grundlösung ermitteln.

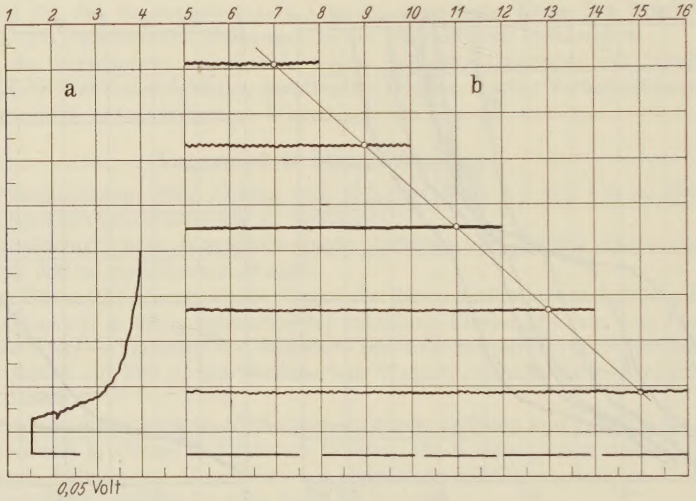

Abb. 3. *a* Strom-Spannungskurve der versenatfreien Grundlösung: 100 ml Acetatpuffer (1 m) und 20 ml 0,5%ige Gelatinelösung, verdünnt auf 500 ml.
b Strom-Zeitkurven bei 0,05 Volt (gegen gesätt. Kalomelelektrode) nach Zugabe von 20 ml 0,02 m Versenatlösung und 0, 1, 2, 3 und 5 ml 0,099 m Alaunlösung zur obigen Grundlösung.

b) Bestimmbarkeit von Aluminium.

Ein Teil der Strom-Spannungskurve der versenatfreien Grundlösung ist in Abb. 3a wiedergegeben. Das Potential, bei dem die Stromstärke anschließend zu messen ist, befindet sich bei Teilstrich 3 der oben angegebenen Skaleneinteilung kurz vor dem Einsetzen der Depolarisation durch die Grundlösung. In Abb. 3b sind die Galvanometerausschläge eingezeichnet, die bei der nach Abb. 3a ermittelten Spannung (0,05 V) nach Zusätzen von 0, 1, 2, 3 und 5 ml 0,100 n Kaliumaluminiumalaunlösung erhalten wurden. Bei weiterem Aluminiumzusatz erhält man keine weitere Senkung der Stromstärke, die somit dem Grundstrom der Lösung beim vorgegebenen Potential entspricht. Die unterste, aufgeteilte Linie zeigt die Galvanometernullinie des Instrumentes. Nach jeder Messung wurde ein Teil dieser Linie zur Kontrolle der Galvanometereinstellung aufgezeichnet. Dies ist beim verwendeten Apparat des-

halb notwendig, weil sich die Galvanometereinstellung mit der Zeit ein wenig verschieben kann.

Die durch die einzelnen Zusätze bedingten Volumenveränderungen der Lösung sind in diesem Falle so klein, daß sie vernachlässigt werden dürfen, und eine lineare Abnahme der Versenatstufe mit dem Aluminiumzusatz ergibt sich deshalb aus einer Geraden eines Diagrammes, an deren Ordinate die Stromstärken und an deren Abszisse die Aluminiumzusätze eingetragen werden. Die in Abb. 3b gezeigten, vom Apparat selbst durchgeführten Aufzeichnungen sind an sich für ein solches Diagramm dienlich, indem sie nur mit einer den Aluminiumzusätzen proportionalen Abszisseneinteilung versehen zu werden brauchen. Die kleinen, eingetragenen Kreise zeigen die Punkte eines solchen Diagrammes. Die Genauigkeit der Titration von Versenat mit Aluminium geht aus dem Verlauf der eingelegten Gerade hervor, während der Schnittpunkt dieser Linie mit der Grundstromlinie den Äquivalenzpunkt der Titration angibt.

Die hier gezeigte Titration von gepufferter Versenatlösung mit Aluminiumsalz ist aber leider etwas erschwert. Wenn die Zugaben von Aluminium zur gepufferten Versenatlösung rasch erfolgen, stellt sich das endliche Gleichgewicht nur sehr langsam ein. Es wird angenommen, daß dieser Übelstand durch einen örtlichen Überschuß von Aluminium-Ionen gegenüber Versenat-Ionen erklärt werden kann, der zunächst zur Bildung von Aluminiumhydroxyd oder basischem Aluminiumacetat führt. Dies setzt sich dann nur langsam mit Versenat um. Für den vorliegenden Zweck einer Kontrolle der Brauchbarkeit der Komplexbildung zu analytischen Zwecken, wie auch für eine einmalige Einstellung des Titers der Versenatlösung mit einer Aluminiumlösung bekannter Konzentration, läßt sich aber eine hinreichend rasche Einstellung dadurch erzielen, daß die Aluminiumsalzlösung nur sehr langsam zur gut gerührten Versenatlösung hinzugegeben wird. Vor der Aufnahme der in Abb. 3b gegebenen Stromstärken wurden die Alaungaben aus einer Bürette zugegeben, deren Spitze in die stark gerührte Vorlage eintauchte. Die Auslaufgeschwindigkeit betrug etwa 1 ml in 3 min. Wenn die Lösung nach weiteren 5 min vollständig zur Ruhe gekommen war, konnte auch nach 6 Std weiterer Wartezeit keine neue Abnahme der Stromstärke festgestellt werden.

c) Bestimmbarkeit von Eisen(III)-salz.

Titrationen der im Abschnitt *b* beschriebenen Versenatgrundlösung mit Eisen(III)-sulfat führten zu Aufnahmen, die sich nicht von denjenigen der Abb. 3b unterscheiden lassen, so daß auf die Wiedergabe dieser Aufnahmen verzichtet werden kann.

Der Versenatverbrauch des Eisens ist äquivalent demjenigen des Aluminiums.

Auch bei Titrationen von Versenat mit Eisen(III)-sulfatlösung stellt sich das Gleichgewicht in der Lösung nach raschen Zugaben nur langsam ein, so daß auch hier die gleiche Titrationstechnik wie bei der Titration mit Aluminiumsalz erforderlich ist. Die Gleichgewichtseinstellung verläuft aber bei Titration mit Eisen(III)-sulfat rascher als bei Titration mit Aluminiumalaun.

Störung der Analyse durch Calcium.

Wenn der Zerfall des Calciumversenatkomplexes so rasch erfolgt, daß sich ein Gleichgewicht an der Elektrodenoberfläche einstellt, so ist in einer früheren Arbeit[2] gezeigt worden, daß der durch Anwesenheit von Calcium bedingte systematische relative Fehler den Betrag f nicht übersteigt, wenn die Bedingungsgleichung:

$$C_{Ca} < K_{Ca}\,\alpha\,\frac{C_{Al}}{C_y - C_{Al} - C_{Fe}} \cdot f \qquad (1)$$

erfüllt ist.

Ist dagegen der Zerfall des Calciumversenatkomplexes an der Elektrodenoberfläche so langsam, daß von ihm abgesehen werden kann, ist die Gl. (1) durch die Gleichung:

$$C_{Ca} < K_{Ca}\,\frac{C_{Al}}{C_y - C_{Al} - C_{Fe}} \cdot f \qquad (2)$$

zu ersetzen.

In den Gl. (1) und (2) sind: C_{Ca} Gesamtkonzentration von Calcium, C_{Fe} Gesamtkonzentration von Eisen(III), C_y Gesamtkonzentration von Versenat, K_{Ca} die Massenwirkungskonstante des Calciumversenatkomplexes (nähere Definition in früherer Arbeit[2]) und α das Verhältnis zwischen Quecksilber(II)-versenatkonzentration und Konzentration des freien Versenates an der Elektrodenoberfläche.

Wenn eine der Gleichungen (1) oder (2) anwendbar ist, läßt sich αK_{Ca}, bzw. K_{Ca} aus einer Messung der durch bekannten Calciumzusatz erfolgten Senkung der Stufenhöhe in bekannter Versenatlösung ermitteln. Mit i_y als Stufenhöhe in sonst indifferenter Versenatlösung der Konzentration C_y und i_c als Stufenhöhe bei Anwesenheit von Calcium der Konzentration C_{Ca} in der gleichen Lösung ist bei Gültigkeit der Gl. (1):

$$\alpha K_{Ca} = \frac{i_y}{i_y - i_c}\,C_{Ca} \qquad (3)$$

und bei Gültigkeit der Gl. (2):

$$K_{Ca} = \frac{i_y}{i_y - i_c}\,C_{Ca}. \qquad (4)$$

Tab. 1 zeigt die so ermittelten Größen bei steigender Calciumkonzentration. Sie sind bei einer Lösung ermittelt, die $2{,}8 \cdot 10^{-4}$ m Tetranatrium-

versenat und etwa 0,1 m Natriumacetat enthielt, und mit Essigsäure auf p_H 4,7 gepuffert war.

Tabelle 1. $\frac{i_y}{i_y - i_c} C_{Ca}$ *ermittelt in* $2{,}8 \cdot 10^{-4}$ *m Versenatlösung bei* p_H 4,7 *als Funktion der Calciumkonzentration.*

C_{Ca}	$2 \cdot 10^{-4}$	10^{-3}	$2 \cdot 10^{-3}$	$4 \cdot 10^{-3}$	10^{-2}
$\frac{i_y}{i_y - i_c} C_{Ca}$	$8 \cdot 10^{-3}$	$1{,}3 \cdot 10^{-2}$	$1{,}7 \cdot 10^{-2}$	$2{,}2 \cdot 10^{-2}$	$3{,}6 \cdot 10^{-2}$

Da die Oxydationsstufe des Versenats reversibel verläuft, ist die Größe α aus dem Abstande des für die Messung gewählten Potentiales vom Halbwellenpotential der Versenatstufe ($E - E_{\frac{1}{2}}$) nach Umrechnung aus der Nernstschen Gleichung erhältlich:

$$\alpha = \frac{[HgY]_o}{[Y]_o} = \exp.\left(\frac{2F}{RT}(E - E_{\frac{1}{2}})\right). \qquad (5)$$

In dieser Gleichung sind: $F = 96500$ Coulomb, R die Gaskonstante und T die absolute Temperatur bei der Messung. Der Faktor 2 entspricht dem Umsatz von 2 Elektronen bei der Oxydation eines Quecksilberatomes.

Bei den Messungen, die der Tab. 1 als Grundlage dienten, betrug $E - E_{\frac{1}{2}}$ etwa 0,07 Volt. Bei Einsetzen der für Zimmertemperatur gültigen Zahlen in die Gl. (4) erhält man dann $\alpha = 260$.

Unter Anwendung des bereits früher aus Literaturwerten der Massenwirkungskonstanten berechneten Wertes bei p_H 4,7 $K_{Ca} = 3{,}4 \cdot 10^{-4}$ sollte die Größe $\frac{i_y}{i_y - i_c} C_{Ca}$ im Falle einer reversiblen Einstellung des Calciumversenatgleichgewichtes an der Elektrodenoberfläche [Gültigkeit der Gl. (1)] den Wert $9 \cdot 10^{-2}$ erhalten, während die gleiche Größe $3{,}4 \cdot 10^{-4}$ betragen sollte, wenn kein Zerfall des Calciumversenatkomplexes an der Elektrodenoberfläche stattfindet.

Aus Tab. 1 ist ersichtlich, daß sich die gemessenen Größen zwischen diesen Grenzwerten befinden, und daß sie bei steigender Calciumkonzentration zunehmen. Es ist deshalb ein zunehmender Zerfall des Komplexes bei steigender Calciumkonzentration wahrscheinlich.

Nach Tab. 1 wird der durch Calcium-Ionen bedingte systematische Fehler einer Aluminiumbestimmung 1% nicht übersteigen, wenn die Bedingungsgleichung:

$$C_{Ca} < 10^{-4} \frac{C_{Al}}{C_y - C_{Al} - C_{Fe}} \text{ m} \qquad (6)$$

erfüllt ist.

Diese Bedingungsgleichung ist bei einer Grundlösung mit $2{,}8 \cdot 10^{-4}$ m Versenat ermittelt worden. Bei Anwendung wesentlich kleinerer Versenatkonzentrationen dürfte eine weitere Kontrolle erforderlich sein.

Zusammenfassung.

Die Senkung der anodischen Stufe von Versenat bei Anwesenheit von Aluminium ist für die Bestimmung von Aluminium verwendbar.

Die Versenatstufe wird gezeigt und die Proportionalität der Senkung der Stufenhöhe mit der Aluminium- und Eisenkonzentration der Lösung wird nachgewiesen.

Ein rasches, für Bestimmung verhältnismäßig kleiner Aluminiumkonzentrationen geeignetes Verfahren wird angegeben.

Die Störung der Analyse durch Anwesenheit von Calcium wird untersucht.

Literatur.

[1] von Stackelberg, M.: „Polarographische Arbeitsmethoden". S. 116. Berlin, 1950. — [2] Lydersen, D.: Diese Z. **139**, 327, (1953). — [3] Schwarzenbach, G., u. H. Ackermann: Helv. chim. Acta **30**, 1798 (1947). — [4] Lingane, J. J.: J. Amer. chem. Soc. **68**, 2448 (1946). — [5] Kolthoff, I. M., u. C. Auerbach: J. Amer. chem. Soc. **74**, 1452 (1952). — [6] Lydersen, D., u. O. Gjems: Diese Z. **138**, 249 (1953). — [7] Kolthoff, I. M., u. E. B. Sandell: „Textbook of Quantitative Inorganic Analysis," S. 327. New York, 1945. — [8] Matyska, B., u. I. Kössler: Collect. Czechoslov. chem. Commun. **16**, 221 (1951).

Dagfin Lydersen, Norges Landbrukshögskole, Vollebekk (Norwegen).

Aus dem Institut für Warenkunde der Universität Rom.

Die elektrolytische Abscheidung des Zinns aus seinen Chlorverbindungen.

II. Abscheidung aus Zinn(IV)-salzlösungen.

Von

Arnaldo Foschini.

(Eingegangen am 15. Juni 1953.)

Wie schon bei den Untersuchungen mit Zinn(II) hervorgehoben wurde[1], bezwecken diese Versuche, die Bedingungen der elektrolytischen Abscheidung des Zinns aus salzsauren Zinn(IV)-salzlösungen zu studieren, die eventuellen Aciditätsgrenzen festzustellen und den Einfluß der verschiedenen Faktoren des Milieus sowie die allgemeinen Elektrolysebedingungen zu untersuchen. Durch die Versuche sollten die Bedingungen und die Grenzen der Anwendbarkeit des seinerzeit vorgeschlagenen Verfahrens[2] sowie die Voraussetzungen für eine theoretische Erklärung des Vorganges ermittelt werden. Wie bei dem vorgeschlagenen Verfahren benutzten wir stets die Winklerschen Elektroden und arbeiteten mit einer Stromstärke von 1 Amp.

Die Zinn(IV)-chloridlösung wurde nach dem Vorschlag von HOLLARD und BERTIAUX[3] folgendermaßen hergestellt: 10 g Zinn wurden in der Wärme mit Salzsäure (1:1) behandelt. Der Zusatz von Salzsäure wurde mehrmals wiederholt, außerdem wurde Kaliumchlorat portionsweise bis zur vollkommenen Auflösung des Zinns zugesetzt. Insgesamt wurden 32 g Kaliumchlorat angewendet; die hieraus durch Zersetzung entstehende Menge an Kaliumchlorid ist größer als dem Molverhältnis $KCl:SnCl_4 = 3:1$ entspricht. Nachdem man die Lösung auf dem Sandbad zur Trockne eingedampft hatte, wurde der Rückstand mit Wasser aufgenommen und in einem geeichten Meßkolben auf ein Volumen von 250 ml gebracht.

Für die elektrolytischen Versuche wurden die einzelnen Lösungen wie folgt hergestellt: Unter mäßiger Erwärmung wurde Ammoniumoxalat, falls dessen Anwesenheit sich als notwendig erwies, in wechselnden Mengen Wasser aufgelöst. Dann wurde das Volumen der Lösung mit Salzsäure (D 1,19) auf 400 ml gebracht und zum Schluß setzte man 5 ml der oben beschriebenen Zinn(IV)-chloridlösung entsprechend 0,200 g Sn hinzu. Man elektrolysierte bei einer Temperatur von 50° C und achtete darauf, daß die Stromstärke möglichst genau 1 Amp betrug. Die Versuche wurden, wie in der früheren Mitteilung angegeben, teils mit verkupferter, teils mit nicht verkupferter WINKLERscher Kathode durchgeführt, und zwar immer einer in Anwesenheit und einer in Abwesenheit von Ammoniumoxalat. Die Ergebnisse der zahlreichen Versuche mit verkupferter Elektrode bei Gegenwart von 20 g Ammoniumoxalat sind in der folgenden Tab. 1 zusammengefaßt:

Tabelle 1. *Verkupferte Kathode, Elektrolyse bei Gegenwart von Ammoniumoxalat.*

Versuchs-Nr.	ml H_2O	ml Salzsäure (D 1,19)	Ergebnisse
1	400	—	Es erfolgt Abscheidung
2	370	30	Sehr schöne, dichte quantitative Abscheidung
3	300	100	Sehr schöne, dichte quantitative Abscheidung
4	270	130	Quantitative, an der Oberfl. etwas pulver. Abscheid.
5	250	150	Quantitative, an der Oberfl. etwas pulver. Abscheid.
6	240	160	Abscheid. nicht quantit., a. d. Oberfl. etwas pulverig
7	230	170	Zunächst teilw. Abscheid., n. einig. Std Wiederaufl.
8	180	220	Teilw. Abscheid., n. kurzer Zeit Wiederauflösung.

Wie schon erwähnt, wurde der Stromdurchgang stets so reguliert, daß die Stromstärke am Anfang 1 Amp betrug. Bei niedrigeren Säurekonzentrationen setzte die Abscheidung sofort ein, die Spannung betrug dann ungefähr 2,4 Volt und zeigte die deutliche Tendenz, rasch anzusteigen unter gleichzeitiger Verringerung der Stromstärke. Diese Erscheinung trat viel eher ein, als eine bedeutende Abnahme des Wider-

standes erwartet werden konnte. War das Milieu jedoch extrem sauer, so erfolgte die Abscheidung verzögert und nur schwierig und wurde von einer Reihe von Umständen gestört (Anfangsspannung ungefähr 1,8 Volt bei einer Stromstärke von 1 Amp, dann rasche Vergrößerung der Spannung auf 2 Volt und Verringerung der Stromstärke, während die Kathode zum Schluß völlig weiß wird. Mit der Wiederauflösung des Zinns und bald darauf des Kupfers kommt man nach einiger Zeit zum Anfangszustand zurück).

Die Ergebnisse der Versuche mit verkupferter Kathode, aber ohne Gegenwart von Ammoniumoxalat sind in der folgenden Tab. 2 zusammengefaßt:

Tabelle 2. *Verkupferte Kathode, Elektrolyse bei Abwesenheit von Ammoniumoxalat.*

Versuchs-Nr.	ml H_2O	ml Salzsäure (D 1,19)	Ergebnisse
1	400	—	Keine Abscheidung
2	370	30	Schöne, dichte quantitative Abscheidung
3	300	100	Schöne, dichte quantitative Abscheidung
4	270	130	Abscheid. nicht quantit., a. d. Oberfl. etwas pulver.
5	260	140	Abscheid. erfolgt teilw., schwarz. pulver. Bodensatz
6	250	150	Teilw. Abscheid., nach einigen Std Wiederauflösung
7	240	160	Teilw. Abscheid., nach etwa 1 Std Wiederauflösung
8	210	190	Teilw. Abscheid., nach einigen min Wiederauflösung
9	180	220	Teilw. Abscheid., nach einigen min Wiederauflösung

In Abwesenheit von Salzsäure unterbleibt also die Zinnabscheidung in dieser Versuchsreihe vollständig. Doch ist dazu zu bemerken, daß beim Einbringen der Zinn(IV)-salzlösung in die 400 ml Wasser durch die Hydrolyse des $SnCl_4$, wie vorauszusehen war, sofort Trübung und Bildung von flockigen Partikelchen eintritt. Vergleicht man die Resultate dieser Untersuchungen mit denjenigen, welche man bei Gegenwart von Ammoniumoxalat erhielt (Tab. 1), so findet man große Ähnlichkeit zwischen beiden Versuchsreihen, mit dem einzigen Unterschied, daß die Bedingungen bezüglich des Säuregehalts etwas verschoben sind.

Bei Verwendung einer nicht verkupferten Platinkathode und bei Gegenwart von 20 g Ammoniumoxalat in den untersuchten Lösungen erhält man die Ergebnisse der Tab. 3.

Bezüglich dieser Resultate muß noch bemerkt werden, daß die elektrolytische Abscheidung bei den Experimenten, welche in Gegenwart von 100 ml Salzsäure durchgeführt wurden, immer von Schwierigkeiten begleitet war und erst nach $^1/_4$ bis $1^1/_2$ Std begann; manchmal trat sie überhaupt nicht ein. Dies ist ein Zeichen dafür, daß die Versuchsgrenzen, bei denen noch Abscheidung erfolgt, erreicht waren. Wenn die Abscheidung jedoch einmal begonnen hatte, so verlief sie stets quantitativ zu Ende und es trat keine Wiederauflösung ein, wenn auch die äußere Beschaffenheit nicht schön war.

Tabelle 3.

Nicht verkupferte Platinkathode, Elektrolyse bei Gegenwart von Ammoniumoxalat.

Versuchs-Nr.	ml H_2O	ml Salzsäure (D 1,19)	Ergebnisse
1	400	—	Die Abscheidung sieht nicht schön aus, die Flüssigkeit trübt sich und wird alkalisch
2	370	30	Schöne, dichte quantitative Abscheidung
3	300	100	Quantitative Abscheidung, Aussehen an der Oberfläche pulverig und dunkel
4	290	110	Keine Abscheidung
5	270	130	Keine Abscheidung

Bei Verwendung einer Platinkathode und bei Abwesenheit von Ammoniumoxalat erhielt man die in Tab. 4 zusammengefaßten Ergebnisse.

Zu dieser Gruppe von Versuchen ist zu bemerken, daß die Abscheidung nur bis zu einem Gehalt an 40 ml Salzsäure in der Lösung leicht erfolgt. Bei Anwesenheit von 50 ml Salzsäure tritt sie schwierig und erst nach geraumer Zeit ein. Manchmal blieb sie völlig aus. Wenn eine Abscheidung vor sich ging, so verursachte sie stets einen plötzlichen Anstieg der Spannung und entsprechendem Abfall der Stromstärke.

Tabelle 4.

Nicht verkupferte Platinkathode, Elektrolyse bei Abwesenheit von Ammoniumoxalat.

Versuchs-Nr.	ml H_2O	ml Salzsäure (D 1,19)	Ergebnisse
1	390	10	Schöne, dichte quantitative Abscheidung
2	370	30	Schöne, dichte quantitative Abscheidung
3	360	40	Quantitative, etwas pulverige Abscheidung
4	350	50	Quantitative, pulverige Abscheidung
5	340	60	Keine Abscheidung

Vergleicht man diese letzten Versuchsergebnisse mit den in Gegenwart von Ammoniumoxalat erhaltenen, so stellt man fest, daß die Gegenwart von Ammoniumoxalat in viel stärkerem Maße erhöhend auf die eben noch zulässige Säuremenge einwirkt, als dies bei der Anwendung von verkupferten Kathoden der Fall ist. Es besteht ein klares quantitatives Verhältnis zu der Pufferkapazität des angewandten Oxalats.

Zusammenfassend kann man folgern, daß es für eine quantitative Zinnabscheidung für analytische Zwecke nicht nötig ist, die Kathode im voraus zu verkupfern, ebenso ist der Zusatz von Ammoniumoxalat entbehrlich, wenn er auch ein gutes Mittel ist, verschentlichen Säureüberschuß unschädlich zu machen. Zu der Frage, ob man für elektrolytische Zinnbestimmungen Zinn(II)- oder Zinn(IV)-Ionen vorziehen soll, zeigt eine einfache Gegenüberstellung mit den Angaben der früheren Arbeit, daß die Zinn(II)-Ionen weniger empfindlich gegenüber den Milieu-

einflüssen sind und daher bessere Resultate erwarten lassen. Dies steht im Gegensatz zu den Analysenvorschriften in der analytisch-chemischen Literatur.

Es ist überflüssig, im einzelnen über Versuche zu berichten, die analog den beschriebenen, jedoch in Gegenwart verschiedener Mengen von Eisenchlorid durchgeführt wurden, weil sich keinerlei Unterschiede gegenüber den schon beschriebenen Resultaten ergaben. Entsprechend meinem früheren Vorschlag[1] ist es also nicht notwendig, das Eisen vor der Zinnbestimmung abzuscheiden; dies würde nur Zeitverlust und Komplikationen der Arbeitsweise mit sich bringen.

Zusammenfassung.

Es wurde über die Ergebnisse der Elektrolyse von salzsauren Zinn(IV)-chloridlösungen berichtet. Die Versuche wurden mit verkupferten und unverkupferten Winklerschen Elektroden bei Gegenwart oder in Abwesenheit von Ammoniumoxalat durchgeführt. Es wurden die Grenzbedingungen der Abscheidung des Zinns festgelegt. Ferner wurde festgestellt, daß eine Verkupferung der Elektroden und ein Zusatz von Ammoniumoxalat unnötig sind. Auch die Abscheidung des Eisens vor der Elektrolyse ist nicht notwendig, was eine beträchtliche Zeitersparnis und Vereinfachung der Arbeitsweise bedeutet. Es wurde weiterhin festgestellt, daß die Abscheidung bei Zinn(II)-Ionen leichter als bei Zinn(IV)-Ionen erfolgt. Daher kann eine Oxydation vor der Elektrolyse zumindest als überflüssig betrachtet werden.

Literatur.

[1] Foschini, A.: Chimica **XXV**, 4 (1949). — [2] Foschini, A.: Diese Z. **119**, 282 (1940). — [3] Hollard et Bertiaux: „Analyse des métaux par électrolyse", 5. éd.

Prof. Arnaldo Foschini, Rom, Piazza Borghese 9.

Aus dem Institut für anorgan. und analyt. Chemie der Universität Mainz und dem Institut für anorgan. Chemie der Techn. Hochschule Hannover.

Ein Beitrag zur mikrochemischen Sulfatbestimmung nach dem Chromatverfahren.

Von

W. Geilmann und G. Bretschneider.

(Eingegangen am 30. Juni 1953.)

Die auf R. Wildenstein[1] und L. W. Andrews[2] zurückgehende, inzwischen häufiger überarbeitete und abgeänderte Chromatmethode zur maßanalytischen Bestimmung von Sulfat schien nach der Mitteilung von W. Leithe[3] die Bestimmung kleiner Sulfatgehalte in Gläsern nach einem Halbmikroverfahren zu ermöglichen. Die in der Chromatmethode

selbst liegenden Fehlerquellen, über die hier berichtet werden soll, ließen die verlangte Genauigkeit der SO_4^{2-}-Bestimmung jedoch nicht erreichen.

Dem Vorschlag von W. LEITHE folgend bestimmten wir das Chromat durch Titration mit Eisen(II)-sulfatlösung, um die bekannten, der jodometrischen Bestimmung anhaftenden Unsicherheiten von vornherein zu vermeiden.

Zur Chromattitration diente eine 0,005 n Eisen(II)-sulfatlösung, die durch Auflösen von 1,390 g reinstem krist. Eisen(II)-sulfat, $FeSO_4 \cdot 7\,H_2O$, oder 1,960 g MOHRschem Salz, $FeSO_4 \cdot (NH_4)_2SO_4 \cdot 6\,H_2O$, in luftfreiem Wasser unter Zugabe von 5 ml konzentrierter Salzsäure zum Liter erhalten wurde.

Um ihre Titerkonstanz sicherzustellen, folgten wir dem Vorschlag von H. SCHÄFER[4] und ließen sie unmittelbar vor der Titration durch einen Silberreduktor fließen. Dieser befand sich über dem Hahn des Zulaufrohres der Mikrobürette und war folgendermaßen hergestellt: Zunächst wurden in das Rohr einige Glasperlen gegeben, um eine Verstopfung der Hahnbohrung zu verhüten. Sie wurden festgelegt durch Aufbringen einer 5 mm starken Lage von langfaserigem, mit Säure ausgekochtem Asbest, auf den eine 50—70 mm hohe Schicht von feinpulverigem, durch Reduktion einer Silbernitratlösung mit Kupfer erhaltenem Silber folgte, die porenfrei aufgebracht worden war. Diese Anordnung genügte, um zu erreichen, daß die ohne besondere Vorsichtsmaßnahmen in einer Schlifflasche aufbewahrten Eisenlösungen eine innerhalb der Meßfehler der Büretten liegende Übereinstimmung der Titrationsergebnisse lieferten. Die Beanspruchung des Reduktors läßt sich am Fortschreiten der Dunkelfärbung des Silbers verfolgen, er ist zu erneuern, sobald sich die Dunkelfärbung auf die untere Hälfte der Silberschicht ausdehnt.

Als Meßgeräte dienten nachgeprüfte in 0,02 ml geteilte 5 ml- bzw. 10 ml-Mikrobüretten, deren Auslaufspitzen soweit ausgezogen waren, daß Tropfen von 0,02 ml abfielen und geringere Mengen durch Abstreifen erhalten wurden.

Für das Abmessen der sonstigen Lösungen kamen nur ausgewogene Kölbchen, Pipetten oder Wägebüretten in Anwendung, so daß die gesamten Meßfehler einer Bestimmung nicht mehr als 0,02 ml betragen dürften, meistens wesentlich geringer ausgefallen sein werden.

Für die Endpunktbestimmung der Titration wurde vorwiegend Tri-o-Phenanthrolin-Eisen(II)-sulfat (Ferroin)[5] verwandt, dessen geringer Indicatorfehler den Gebrauch für mikrochemische Titrationen zuläßt, wenn die nachstehenden Bedingungen streng beachtet werden.

Die zu titrierende Lösung soll 2—4 n an freier Schwefelsäure sein, ein Zusatz von 8—10 ml 50%iger Säure auf 20 ml Lösung erweist sich als ausreichend. Bei zu geringer Säurekonzentration tritt die anfängliche Entfärbung des Indicators sehr langsam ein und der Umschlag im Endpunkt der Titration erstreckt sich über einen längeren Bereich. Auf 30 ml Lösung soll nicht mehr als 0,01 ml der käuflichen 0,025 m Ferroinlösung angewandt werden. Die Indicatormenge muß konstant sein. Größere Mengen erschweren die Erkennung des Endpunktes und wechselnde Mengen bedingen entsprechende Schwankungen im Verbrauch der Titrierflüssigkeiten.

Die Titration erfolgt bei Zimmertemperatur bis zum Erreichen der maximalen Rotfärbung, die bei Tageslicht besser als bei Lampenlicht zu erkennen ist.

Die Verwendung von schwächeren Titrierlösungen als 0,005 n empfiehlt sich nicht, da dann das Umschlagsgebiet zu breit und der Endpunkt weniger sicher erkennbar wird.

Obwohl der „Salzfehler" des Indicators gering ist, macht er sich bei der Mikrotitration bemerkbar, wenn die Menge an Neutralsalz auf mehr als 0,5 g je 30 ml

Lösung anwächst, wie aus den Zahlen der Tab. 1 hervorgeht, die bei der Titration von 20 ml Chromatlösung nach Zusatz der angegebenen Neutralsalzmenge erhalten sind. Angegeben sind die Mittelwerte an verbrauchter 0,005 n Eisen(II)-sulfatlösung, die sich aus mindestens drei Titrationen ergaben.

Tabelle 1. *Salzfehler von Ferroin.*

Zugesetztes Neutralsalz	Titriert ml	Zugesetztes Neutralsalz	Titriert ml
Ohne Zusatz	4,115	0,1 g NH_4Cl	4,105
0,2 g Natriumacetat	4,11	0,2 g NH_4Cl	4,09
0,2 g Ammoniumacet.	4,11	0,5 g NH_4Cl	4,05
0,2 g NaCl	4,11	0,2 g NH_4ClO_4	4,11
0,5 g NaCl	4,09	0,5 g NH_4ClO_4	4,10
0,2 g $NaClO_4$	4,11	0,1 g $CaCl_2$	4,105
0,5 g $NaClO_4$	4,11	0,25 g $Ca(ClO_4)_2$	4,09
0,1 g $MgCl_2$	4,12		

Deutlich störend wirkt nur Ammoniumchlorid, während andere Salze und auch Perchlorate die Titrationswerte kaum beeinflussen. In calciumhaltigen Lösungen erfolgt eine Trübung durch Sulfatausscheidung, wodurch die Erkennung des Endpunktes erschwert und unsicher wird.

Das von Leithe als Indicator verwandte Natriumsalz der Diphenylaminsulfonsäure, das sich durch ein sehr schmales Umschlagsgebiet von rotviolett nach grün auszeichnet und selbst bei der Titration mit 0,0006 n Lösungen einen deutlich erkennbaren Umschlag ergibt, erwies sich als weniger geeignet. Die bekannten Indicatorfehler treten so stark in Erscheinung, daß die geforderte Genauigkeit der Titration vor allem dann nicht eingehalten werden kann, wenn sehr unterschiedliche Mengen an Titrationslösungen zu vergleichen sind. Dies ist insbesondere beim Vergleich der im Blindversuch und in den eigentlichen Titrationen anfallenden Zahlen der Fall, wo bei der Differenzbildung infolge seiner Schwankung der Titrierfehler nicht völlig herausfällt.

Die genaueste Endpunktsbestimmung der Titration ist auf elektrometrischem Wege gewährleistet. Sie wurde weitgehend herangezogen, wenngleich infolge der Bequemlichkeit bei Serienbestimmungen die Verwendung von o-Phenanthrolin als Indicator bevorzugt wurde.

Wie zahlreiche Versuche zeigten, lassen sich sowohl bei elektrometrischer Indicierung als auch bei Verwendung von o-Phenanthrolin als Redoxindicator unter Beachtung der nötigen Vorsichtsmaßnahmen Chromattitrationen mit 0,005 n $FeSO_4$-Lösung mit einer Übereinstimmung von $\pm 0{,}01$ bis maximal 0,02 ml durchführen, wenn 1—10 ml Titrationsflüssigkeit verwandt werden. Das würde heißen, daß die aus diesen Abweichungen errechneten Sulfatmengen sich zwischen 1,6 bis 3,2 μg bewegen könnten.

Eine nicht zu vernachlässigende Fehlerquelle liegt im Verhalten des ausgefällten Bariumchromates, seiner Löslichkeit und deren Beeinflussung durch gleichzeitig vorhandene gelöste Salze.

Die Löslichkeit des Bariumchromates in reinem Wasser beträgt bei Zimmertemperatur 4—5 μg/ml, sie wächst mit steigender Temperatur merklich und steigt bei 100° C auf 44 μg/ml an. Durch einen Chromat-

gehalt der Lösung wird die gelöste Menge an $BaCrO_4$ wesentlich erniedrigt, so daß sie in einer in bezug auf Chromat 10^{-4} m Lösung auf 1,3 μg/ml absinkt und in einer 10^{-3} m Lösung nur noch 0,13 μg/ml ausmacht. Diese Änderungen machen sich vor allem bei der Bestimmung geringer Sulfatgehalte geltend, wo die in der Lösung nach der Ausfällung des überschüssigen Bariumchromats verbleibende Chromatmenge zur völligen Ausscheidung unzureichend ist und Fehler bedingt, die ein vielfaches der Titriergenauigkeit einer 0,005 n $FeSO_4$-Lösung betragen können, wie aus dem folgenden Versuch hervorgeht.

Frisch gefälltes und gründlich ausgewaschenes Bariumchromat wurde in einem 25 ml-Zentrifugenmeßfläschchen mit ausgekochtem Wasser aufgeschlämmt und unter häufigem Umschütteln 48 Std stehen gelassen. Nach dem Zentrifugieren wurden 20 ml abpipettiert und mit 0,005 n Eisen(II)-sulfatlösung titriert, nachdem die nötige Säure und zur Ausschaltung des Indicatorfehlers eine gemessene Chromatmenge zugesetzt worden war, die $2{,}34 \pm 0{,}01$ ml Eisenlösung äquivalent war.

Bei einer zweiten Probe wurde das Chromat bereits dem zur Einwirkung auf das $BaCrO_4$ kommenden Wasser zugesetzt, so daß eine $2 \cdot 10^{-4}$ m Chromatlösung als Lösungsmittel zur Anwendung kam, während in einer dritten Reihe außer K_2CrO_4 noch 50 mg Natriumacetat zugegeben wurden.

Die bei der Titration von jeweils 20 ml der Lösung verbrauchten Milliliter an 0,005 n $FeSO_4$-Lösung sind in Tab. 2 zusammengestellt.

Tabelle 2. *Einfluß der Löslichkeit von $BaCrO_4$ auf den Verbrauch an $FeSO_4$-Lösung.*

Lösungsmittel	H_2O ml	$2 \cdot 10^{-4}$ m K_2CrO_4-Lösung ml	$2 \cdot 10^{-4}$ m K_2CrO_4 + Na-acetat ml
Titriert	2,60—2,59	2,34—2,34 2,33—2,33	2,35—2,34 2,34—2,35
Mittel	2,595	2,335	2,345
Unterschied zum Sollwert $2{,}34 \pm 0{,}01$	+0,255	—0,005	+0,005

Es zeigt sich, daß in $2 \cdot 10^{-4}$ m K_2CrO_4-Lösung und bei gleichzeitiger Gegenwart von Natriumacetat die durch die Löslichkeit des Bariumchromats bewirkten Abweichungen innerhalb der Titrierfehler liegen, daß dagegen in chromatfreier Lösung sich die Löslichkeit des $BaCrO_4$ bereits recht stark ausprägt*. Daher muß man für genügenden Chromatüberschuß sorgen und diesen bei geringen Sulfatmengen durch Zusatz von eingestellter Chromatlösung hervorbringen.

Die Fällung des Bariumchromats erfolgt am besten im p_H-Bereich 6 bis 7, bei wesentlich niedrigerem p_H-Wert ist das Chromat löslich und bei höherem, wie er nach dem Zusatz von NH_3 erreicht wird, besteht die Gefahr, daß beim Stehen der Lösung eine merkliche Umsetzung zwischen $BaCrO_4$ und dem Carbonatgehalt der Lösung einsetzen kann, die zu einem Pluswert führen muß[6].

* Aus diesen Zahlen errechnet sich eine Löslichkeit von 5,5 μg $BaCrO_4$/ml H_2O.

Die Einstellung des p_H-Wertes vor der Fällung muß recht genau erfolgen. Als Indicator ist p-Nitrophenol geeignet, das in 0,2%iger wäßriger Lösung zur Anwendung kommt und das die Chromattitration nicht stört.

Die Chromatfällung soll, worauf bereits Kolthoff[7] hinweist, in der Wärme erfolgen, um eine Adsorption von Chromat am Niederschlag zu hindern. Dieser Befund wird durch den nachstehend angeführten, bei der Rücktitration des überschüssigen Chromates beobachteten Verbrauch an 0,005 n Eisen(II)-sulfatlösung bestätigt. Angegeben sind die Mittelwerte aus jeweils 5 Bestimmungen, die in 20 ml der bei der Fällung von 2 ml 0,006 m Bariumchloridlösung mit 2 ml 0,01 m $K_2Cr_2O_7$-Lösung in einem Volumen von 25 ml verbliebenen Lösung durchgeführt wurden.

Errechneter Sollwert	4,38 ml	0,005 n $FeSO_4$-Lösung
Bei der Kaltfällung gefunden.	4,34 ± 0,01 ml	0,005 n $FeSO_4$-Lösung
Bei der Heißfällung erhalten	4,39 ± 0,01 ml	0,005 n $FeSO_4$-Lösung
Kaltfällung, nachträglich ½ Std auf 100° C erhitzt und dann abgekühlt .	4,39 ± 0,01 ml	0,005 n $FeSO_4$-Lösung.

Es ergibt sich bei der Chromatfällung in der Kälte ein einwandfreier Minderwert im Vergleich zur Fällung in der Wärme, der aber verschwindet, sobald der kalt gefällte Niederschlag in der Lösung vor dem Zentrifugieren erhitzt wird. Allein durch längeres Stehen in der Kälte wird das Ergebnis kaum beeinflußt.

Der Einfluß der Zeit auf die Vollständigkeit der Chromatfällung wurde in gleichen Versuchsreihen ermittelt und dabei festgestellt, daß nach der Fällung in der Wärme eine Wartezeit von 1—2 Std erforderlich ist, ehe die Titration des Chromatüberschusses zu einem konstanten Wert führt, d. h. die Fällung vollständig ist.

Von wesentlich größerem Einfluß auf die Sicherheit der Sulfatbestimmung ist die Beeintlussung der eigentlichen Bariumsulfatfällung, deren Schwierigkeiten ja allgemein bekannt sind und die bei der mikrochemischen Bestimmung in noch stärkerem Maße hervortreten, als es bei der üblichen gravimetrischen Bestimmung der Fall ist. Das gilt vor allem für die praktische Analyse, wo die zu fällenden Lösungen mehr oder weniger reichliche Mengen anderer Salze enthalten. Die hierdurch bedingten Störungen können, wie später gezeigt wird, so groß werden, daß eine mikrochemische Sulfatbestimmung mit der erforderlichen Genauigkeit nicht mehr durchführbar ist, während sie in reinen Sulfatlösungen ohne weiteres möglich ist.

Die geringe, aber bei mikrochemischen Bestimmungen doch schon merkliche Löslichkeit des Bariumsulfates in reinem Wasser ist für die Chromatmethode praktisch belanglos, da der während der Sulfatfällung vorhandene große Bariumüberschuß sie bis unter die Fehlergrenze der Bestimmung erniedrigen wird.

Viel störender dürften sich bei der Ausfällung der geringen Bariumsulfatmengen Übersättigungserscheinungen bemerkbar machen. Wie LEITHE bereits vorschlug, lassen sich diese durch Zusatz von festem Bariumsulfat so weitgehend einschränken, daß nach einer $^1/_2$—1stündigen Wartezeit die Ausfällung des Bariumsulfates innerhalb der Fehlergrenze vollständig erfolgt ist.

Nach den vorstehend geschilderten Versuchen schien die folgende Arbeitsvorschrift für die Sulfatbestimmung nach dem Chromatverfahren geeignet, wobei vorausgesetzt ist, daß eine rein wäßrige Lösung mit geringem Alkaligehalt zur Anwendung kommt, die zudem völlig von oxydierenden und reduzierenden Bestandteilen frei sein muß.

Die bis zu 1,2 mg SO_4^{2-}-enthaltende Lösung, deren Volumen bis zu 15 ml betragen darf, wird in einem 25 ml-Zentrifugenmeßfläschchen gegen p-Nitrophenol als Indicator (1 Tropfen einer 0,2%igen Lösung) neutralisiert und dann mit einem Tropfen 0,1 n Salzsäure angesäuert. Nach dem Erhitzen im siedenden Wasserbad fügt man 2 Tropfen Bariumsulfataufschlämmung* zu und fällt das Sulfat durch langsames Einfließenlassen von 2 ml einer 0,008 m Bariumchloridlösung, die aus einer Auswaschpipette bzw. Mikrobürette zugesetzt wird.

Nach $^1/_2$—1stündigem Stehen bei Zimmertemperatur, wobei häufig geschüttelt wird, fällt man den Bariumüberschuß mit 2 ml 0,01 m $K_2Cr_2O_7$-Lösung und erhitzt nochmals im Wasserbade, nachdem 0,25 ml einer 10%igen Natriumacetatlösung zugesetzt wurden. Nach 1 Std Abkühlen auf 20° C, wobei gelegentlich umzuschütteln ist, wird auf 25 ml aufgefüllt, durchgemischt, zentrifugiert und der Hauptteil der klaren Lösung abgesaugt. 20 ml dieser Lösung werden in einen 50 ml ERLENMEYER-Kolben übergeführt, mit 8 ml 50%iger Schwefelsäure sowie 0,1 m Ferroinlösung versetzt und mit 0,005 n Eisen(II)-sulfatlösung bis zur maximalen Rötung titriert.

In gleicher Weise wird ein Blindversuch mit durchgeführt. Die Berechnung der vorhandenen Sulfatmenge erfolgt dann nach dem Ansatz: Milligramm Sulfat $= (H - B) \cdot F \cdot 1{,}25$. Hierin bedeuten: H die bei der Bestimmung titrierte Menge an $FeSO_4$-Lösung, B die beim Blindversuch ermittelte Menge, F den auf SO_4^{2-} berechneten Wirkungswert der $FeSO_4$-Lösung, 1,25 den Verdünnungsfaktor.

Nach diesem Verfahren wurden bei der Untersuchung einer wäßrigen Alkalisulfatlösung brauchbare Ergebnisse erhalten, wie aus den Zahlen der Tab. 3 (S. 418) hervorgeht.

Die Werte sind durchaus zufriedenstellend, obgleich sich eine Neigung zu Minuswerten ausprägt, die sich mit steigendem SO_4^{2} -Gehalt verstärkt. Durch systematische Versuche konnte gefunden werden, daß sie auf eine lösende Wirkung des zur Pufferung bei der Chromatfällung zugegebenen Natriumacetats zurückzuführen sind, das vorwiegend die Löslichkeit des gefällten Bariumsulfats erhöht. Die Mindestwerte verschwinden weitgehend, wenn vor der Chromatfällung das abgeschiedene Bariumsulfat abgetrennt wird, was bei der folgenden Arbeitsweise leicht möglich ist.

* Bariumsulfataufschlämmung: 0,2 g durch Mischen äquivalenter Mengen H_2SO_4- und $BaCl_2$-Lösung in der Kälte gefälltes und anschließend gut ausgewaschenes $BaSO_4$ wird in 20 ml H_2O aufgeschlämmt. Vor Gebrauch wird durchgeschüttelt.

Tabelle 3. *Sulfatbestimmung nach dem Chromatverfahren in reiner Lösung.*

SO_4^{2-} in µg		Fehler		SO_4^{2-} in µg		Fehler	
angew.	gef.	in µg	in %	angew.	gef.	in µg	in %
42	45	+3	+7	657	657	±0	±0
129	130	+1	+0,8	680	678	—2	—0,3
168	166	—2	—1,2	755	751	—4	—0,5
248	253	+5	+2,0	932	928	—4	—0,4
403	403	±0	±0	1062	1052	—10	—0,9
448	444	—4	—0,9	1404	1382	—22	—1,6

Die Fällung des $BaSO_4$ erfolgt genau wie beschrieben. Nach der Wartezeit wird das Zentrifugenglas bis zur Marke aufgefüllt, der Inhalt gemischt und anschließend zentrifugiert. 20 ml der klaren Lösung werden in ein zweites 25 ml-Gefäß übergeführt, mit Natriumacetatlösung versetzt, in der Wärme mit Chromat gefällt und wie vorher weiter behandelt. In 20 ml dieser auf 25 ml verdünnten Lösung wird der Chromatüberschuß titriert. Die Berechnung des Analysenergebnisses ist analog mit dem Unterschied, daß infolge der doppelten Verdünnung der Faktor $1{,}25 \cdot 1{,}25 = 1{,}563$ einzusetzen ist.

Die nach diesem Arbeitsverfahren anfallenden Werte zeigt Tab. 4.

Tabelle 4. *Sulfatbestimmung bei getrennter Sulfat- und Chromatfällung.*

SO_4^{2-} in µg		Fehler		SO_4^{2-} in µg		Fehler	
angew.	gef.	in µg	in %	angew.	gef.	in µg	in %
15,5	18	+2,5	+16	649	648	—1	—0,1
28	28	±0	±0	843	846	+3	+0,4
70	73	+3	+5	940	936	—4	—0,4
107	107	±0	±0	1015	1014	—1	—0,1
140	145	+5	+3,5	1234	1234	±0	±0
388	383	—5	—1,3	1439	1435	—4	—0,3
468	466	—2	—0,4	1518	1525	+7	+0,5

Weniger gute und vor allem schwankende Ergebnisse werden erhalten, wenn die zu untersuchenden Lösungen gleichzeitig der Art und Menge nach schwankende Fremdsalze enthalten, die sowohl die Bariumsulfatfällung als auch die Chromatfällung stören, indem sie durch Mitfällung, Löslichkeitserhöhungen, Fällungsverzögerungen und andere Vorgänge zu Fehlern führen, die sich im günstigsten Falle teilweise kompensieren, aber trotzdem nicht tragbar sind.

Um einen Überblick über die bei der Chromatfällung zu erwartenden Störungen zu gewinnen, wurden 2 ml einer 0,006 m $BaCl_2$-Lösung im 25 ml-Zentrifugenglas nach Zusatz von wechselnder Menge an Fremdsalz bei Zimmertemperatur mit 2,0 ml 0,01 m $K_2Cr_2O_7$-Lösung gefällt. Nach 16stündigem Stehen wurde zur Marke aufgefüllt, zentrifugiert und durch Titration mit 0,005 n $FeSO_4$-Lösung der Chromatüberschuß ermittelt, wobei die in Tab. 5 aufgeführten Zahlen sich ergaben, die die Mittelwerte aus mehreren Bestimmungen darstellen.

Rein theoretisch sollten der in Lösung verbliebenen Chromatmenge 4.39 ml Eisen(II)-sulfatlösung entsprechen. Gefunden wurden zunächst Unterwerte, die mit steigendem Salzgehalt abnehmen und schließlich zu Pluswerten führen, die völlig außerhalb der Titrierfehler liegen. Bei den höchsten Salzgehalten werden solche Chromatmengen gelöst, daß beim Ansäuern sogar eine Ausfällung von $BaSO_4$ einsetzt. Bei diesen Versuchen überschneiden sich zwei Vorgänge, nämlich die Adsorption von Chromat an dem ausgefällten Bariumchromat und die Erhöhung der Löslichkeit durch die steigende Salzkonzentration.

Tabelle 5. *Einfluß von Fremdsalzen auf die $BaCrO_4$-Fällung.*

Zugesetzte Fremdsalzmenge in mg	Fällung in der Kälte							
	0	25	50	100	200	500	1000	2000
Natriumacetat	4,34	4,34	4,35	4,39	4,44	4,62	trüb	trüb
Natriumchlorid . . .	4,34	4,34	4,35	4,38	4,43	4,55	4,79	trüb
Natriumperchlorat . .	4,34	4,36	4,38	4,40	4,45	4,56	—	—
Ammoniumacetat . .	4,34	4,32	4,29	4,30	4,31	4,38	4,60	—
Ammoniumchlorid .	4,34	4,32	4,30	4,33	4,37	4,67	5,23	—
Ammoniumperchlorat .	4,34	4,35	4,31	4,32	4,35	4,50	—	trüb
Calciumchlorid	4,34	4,34	4,37	4,40	Ausscheid. v. $CaSO_4 \cdot 2H_2O$			
Magnesiumchlorid . .	4,34	4,38	4,40	4,42	4,48		—	–

Da sich durch Fällung in der Hitze der Adsorptionsfehler weitgehend ausschalten läßt, tritt die rein lösende Wirkung hoher Salzgehalte auf das Chromat in der Tab. 6 deutlicher hervor, wo die im gleichen Versuch bei der Fällung in der Wärme erhaltenen Titrationswerte eingetragen sind.

Tabelle 6. *Einfluß von Fremdsalzen auf die $BaCrO_4$-Fällung.*

Zugesetzte Fremdsalzmenge in mg	Fällung in der Wärme						
	0	25	50	100	200	500	1000
Natriumchlorid	4,39	4,40	4,41	4,43	4,47	4,55	4,80
Natrumperchlorat . . .	4,39	4,40	4,41	4,43	4,48	4,58	
	±0,005						

Die anwesenden Salze bedingen durchweg eine Erhöhung der Löslichkeit des Bariumchromates und würden dadurch einen zu hohen Sulfatgehalt vortäuschen. Die Größe dieses Fehlers ist abhängig von Art und Menge des gelösten Salzes und selbst bei geringerer Konzentration so stark ausgeprägt, daß die Fehlergrenze der Mikrobestimmung überschritten wird. Auf die Störung der Bariumchromatfällung durch höhere Salzkonzentration wurde schon vor längerer Zeit hingewiesen[8]. Bei der mikrochemischen Bestimmung tritt sie noch stärker in Erscheinung, da sie im Blindversuch nicht oder nur in Ausnahmefällen berücksichtigt werden kann.

Von wesentlich größerem Einfluß auf die Sicherheit der mikrochemischen Sulfatbestimmung ist jedoch die Störung der Bariumsulfatfällung durch Begleitstoffe aller Art, die aus der Makroanalyse hinreichend bekannt sind. Sie können sich in positivem und negativem Sinne auswirken. Ihre alleinige Erkennung ist nach der Chromatmethode kaum bzw. sehr unsicher möglich, da stets mit der Überlagerung durch den der Chromatfällung eigenen Fehler zu rechnen ist. Für die praktische Analyse ist nur der aus dem Zusammenwirken beider Fehlerquellen entstehende Gesamtfehler von Interesse.

Für die bei einer Analyse eines Alkali-Kalkglases zu erwartenden Salze ist er nachstehend ermittelt, wobei vorausgesetzt ist, daß der Aufschluß durch Behandlung mit Fluß- und Perchlorsäure erfolgte, was ohne Verluste an SO_4^{--} möglich ist, wie besonders gezeigt werden konnte.

Tabelle 7. *Sulfatbestimmungen neben Fremdsalzen.*

Fremdsalz	SO_4^{2-} in µg		Fehler		Dauer des Stehens der Sulfatfällung
	geg.	gef.	in µg	in %	
200 mg $NaClO_4$	681	615	—66	—9,7	1 Std
	700	666	—34	—4,9	6 Std
	784	764	—20	—2,5	16 Std
	1171	1117	—54	—4,6	16 Std
200 mg NaCl	392	382	—10	—2,5	16 Std
	1082	1021	—61	—5,4	16 Std
200 mg NH_4ClO_4	604	586	—18	—3,0	16 Std
	903	882	—21	—2,3	16 Std
	1231	1167	—64	—5,2	16 Std
100 mg $NaClO_4$	96	95	— 1	—1,0	20 Std
	291	284	— 7	—2,4	20 Std
	622	616	— 6	—1,0	48 Std
200 mg $NaClO_4$	77	78,5	+ 1,5	+2,0	2 Std bei 90° C
	276	279	+ 3	+2,7	digeriert, dann
	457	448	— 9	—2,0	16 Std gestan-
	613	609	— 4	—0,6	den.
	918	912	— 6	—0,7	„
	1219	1203	—16	—1,3	„
200 mg NaCl	216	224	+ 8	+3,7	„
	636	635	— 1	—0,2	„
	1062	1030	—32	—3,0	„
200 mg NH_4ClO_4	217	212	— 5	—2,5	„
	648	632	—16	—2,5	„
	1082	1059	—23	—2,1	„

Die Bestimmung erfolgte nach den für reine Lösungen gegebenen Arbeitsvorschriften mit dem Unterschied, daß bei der Sulfatfällung wesentlich längere Wartezeiten zur Anwendung kamen, die sich im günstigen Sinne bemerkbar machten. Die Ergebnisse dieser Versuchsreihen sind in der Tab. 7 zusammengestellt.

Wie vorauszusehen, bedingt die Anwesenheit größerer Mengen an Alkalisalzen wesentliche Minuswerte. Entsprechend den Erfahrungen der gravimetrischen Analyse, können sie durch längeres Stehen und Digerieren in der Wärme wesentlich verringert werden, jedoch sind längere Wartezeiten erforderlich, wenn die Verluste in tragbaren Grenzen bleiben sollen.

Wesentlich stärker macht sich die Störung durch vorhandene Kalksalze bemerkbar. Sie ist um so größer, je größer die zu fällende Sulfatmenge und die Calcium-Ionenkonzentration in der Lösung sind. Auch durch längeres Digerieren lassen sich die Fehler nicht entsprechend vermeiden. Bereits 10 mg Ca auf 20 ml Lösung treten bei mittleren Sulfatgehalten störend in Erscheinung. Die Störung wird besonders stark, wenn die Bariumchromatfällung ohne Abtrennung des ausgefällten Sulfates erfolgt.

Die in Tab. 8 zusammengestellten Zahlen wurden mit Ausnahme der letzten 3 dadurch erhalten, daß bei alleiniger Anwesenheit von Ca^{++} die $BaSO_4$-Fällung 2 Std bei 90° C digeriert wurde und durch 6 Std stehen blieb, ehe das Sulfat abgetrennt und die Chromatfällung in der Lösung durchgeführt wurde.

Bei den letzten 3 Versuchen wurde die Sulfatfällung 1 Std bei 90° C digeriert und die Chromatfällung ohne Abtrennung des Sulfates vorgenommen.

Tabelle 8. *Einfluß des Kalkgehaltes auf die Sulfatfällung.*

in mg zugesetztes $CaCl_2$	SO_4^{2-} in mg		Fehler	
	gegeben	gefunden	in µg	in %
100	1123	998	—125	—11,1
	689	635	— 54	— 7,8
	195	193	— 2	— 1,0
50	430	420	— 10	— 2,3
	695	657	— 38	— 5,5
	986	937	— 49	— 5,0
25	201	199	— 2	— 1,0
	586	558	— 28	— 4,8
	944	896	— 48	— 5,1
50	151	129	— 22	—14,5
	564	456	—108	—19,0
	910	770	—140	15,4

Versuche, durch Variationen der Fällungsbedingungen zu wesentlich besseren Ergebnissen zu gelangen, erwiesen sich als erfolglos, so daß als einziger Ausweg die Abtrennung des Calciums vor der Durchführung der Sulfatfällung blieb. Aber auch dieser Weg versagte. Wurde nämlich das Calcium mit Ammoniumcarbonat bei p_H 8—9 gefällt und in dem durch Eindampfen auf dem Wasserbade von überschüssigem Ammoniumcarbonat befreiten Rückstand die Sulfatbestimmung wie üblich durchgeführt, so traten schwankende und untragbare Minuswerte auf,

die durch einen Einschluß von Sulfat im Carbonatniederschlag bedingt waren, der sich leicht analytisch erkennen ließ. Die Größe der beobachteten Sulfatverluste schwankten nach dem Verhältnis von CaO zu SO_3 zwischen 5 und 15%.

Noch wesentlich stärkere Störungen werden durch Anwesenheit geringer Aluminium- und Eisengehalte veranlaßt, da sowohl die Sulfat-, als auch die Chromatfällung beeinflußt wird. Wenige Milligramme genügen bereits, um erhebliche Minuswerte zu verursachen. Der Grund ist einmal in einem Mitfällen basischer Sulfate mit dem $BaSO_4$ zu suchen, was in der nur schwach sauren Lösung noch leichter auftritt als unter den Bedingungen der gewöhnlichen Analyse, und dann in einer Adsorptionswirkung des bei der Chromatfällung mit zur Ausscheidung kommenden Hydroxydes. Wie durch besondere Versuche gezeigt werden konnte, adsorbiert $Al(OH)_3$ je nach Menge, Fällungstemperatur und Chromatkonzentration wechselnde, aber merkliche Chromatmengen, die je Milligramm Al bis auf 10—25% der vorhandenen Chromatmenge ansteigen und nur dadurch ausgeschlossen werden können, daß vor der Bariumchromatfällung das Aluminium durch Erniedrigung des p_H-Wertes auf 6—7 vor dem Abzentrifugieren des abgeschiedenen Bariumsulfats ausgefällt und mit abgetrennt wird. Die Chromatfällung wird dann einwandfrei, aber trotzdem zeigen sich noch starke Minuswerte, die auf einer Beeinflussung der Bariumsulfatfällung beruhen. Beispielsweise wurden bei einer Sulfatbestimmung in Gegenwart von 2 mg Al in 20 ml Lösung anstatt 767 und 826 μg SO_4^{--} nur 706 und 759 μg gefunden, was Verlusten von 8,7 bzw. 8,1% entspricht.

Die vorstehenden Erfahrungen ließen erwarten, daß die Chromatmethode zu einer genauen Bestimmung geringer Sulfatgehalte in Gläsern (SO_3 unter 1%) nicht brauchbar sein dürfte, was durch die Untersuchung eines gewöhnlichen Fensterglases mit einem Sulfatgehalt von 0,320%, einem Kalkgehalt von etwa 7% und einem (Fe_2O_3 — Al_2O_3)-Gehalt von 0,83% bestätigt wurde. Bei 10 mit Glaseinwaagen von 0,2 —0,5 g durchgeführten Bestimmungen wurden Sulfatgehalte zwischen 0,26 und 0,30% schwankend um den Mittelwert von 0,282 $\pm$ 0,02% liegende Werte erhalten. Sie sind also um rund 9% zu niedrig und entsprechen nicht den heute gestellten Genauigkeitsansprüchen.

Zusammenfassung.

Bei entsprechender Arbeitsweise ermöglicht die Chromatmethode eine zuverlässige mikrochemische Sulfatbestimmung. In stärker salzhaltigen Lösungen versagt sie jedoch. Als besonders störend erweist sich die Gegenwart von Calcium-, Aluminium- und Eisen(III)-Ionen, die durchweg merkliche Minuswerte bedingen. Die beobachteten Fehler sind in

erster Linie erzeugt durch Störungen der Bariumsulfatfällung, weniger durch die der anschließenden Chromatfällung.

Die allgemeine Verwendung zur Bestimmung kleiner Sulfatmengen kann nicht empfohlen werden (siehe auch Literaturangabe 6), obgleich nicht zu bestreiten ist, daß die Methode in Sonderfällen und im Halbmikromaßstabe mit Erfolg zu verwenden ist. Dabei sind sicherlich Fehlerkompensationen für die guten Ergebnisse mit verantwortlich.

Für eine zuverlässige Bestimmung kleinster Sulfatmengen sind nach unseren Erfahrungen die Arbeitsmethoden vorzuziehen, die, die Fehler der Bariumsulfatfällung vermeidend, das Sulfat in Schwefelwasserstoff überführen und diesen ermitteln.

Diese Arbeit ist ein Teilauszug der Diss. von G. Bretschneider.

Literatur.

[1] Wildenstein, R.: Diese Z. **1**, 323 (1862). — [2] Andrews, L. W.: Amer. chem. J. **11**, 567 (1889); vgl. diese Z. **29**, 684 (1890). — [3] Leithe, W.: Mikrochemie **33**, 176 (1947). — [4] Schäfer, H.: Diese Z. **129**, 39 (1949). — [5] Brennecke, E.: „Neuere maßanalytische Methoden." 3. Aufl. Die chemische Analyse, 33. Bd., Stuttgart 1951. — [6] Manov, G. G., und P. L. Kirk: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **9**, 198 (1937); vgl. diese Z. **123**, 308 (1942). — [7] Kolthoff, I. M.: Diese Z. **59**, 686 (1921). — [8] Fresenius, R.: Diese Z. **29**, 413 (1890). — Christow, St.: Diese Z. **125**, 278 (1943).

Prof. Dr. W. Geilmann, Mainz, Saarstr. 21.

Aus dem Institut für Mikrochemie und Geochemie der Technischen Hochschule in Graz.

Methoden zur spektrochemischen Spurenanalyse.

II. Zur Spurenanalyse von pflanzlichen Materialien.

Von

F. A. Pohl.

(Eingegangen am 9. Juli 1953.)

Die anorganischen Bestandteile pflanzlicher Materialien variieren in Menge und Zusammensetzung zwischen mehr oder weniger weiten Grenzen und bestehen in der Hauptsache aus Alkalien, Erdalkalien und Phosphorsäure. Neben diesen sind zuweilen erhebliche Mengen Kieselsäure, Eisen und unter anderem eine größere Zahl von Spurenmetallen vorhanden, deren physiologische Aufgabe im pflanzlichen Stoffwechselgeschehen erst zum Teil geklärt werden konnte.

Die Grundlage von Untersuchungen zur Klärung der Funktion dieser Spuren ist die möglichst genaue Kenntnis des mengenmäßigen Vorhandenseins aller in das pflanzliche Stoffwechselgeschehen in irgend einem Sinne eingreifenden Elemente.

Die Spektralanalyse wurde in zahlreichen Fällen[1, 2] bei derartigen Untersuchungen als analytische Methode verwendet, doch erwachsen hierbei Schwierigkeiten aus der stark veränderlichen Zusammensetzung der Pflanzenaschen. Durch diese Variation treten wechselnde Abweichungen von der Zusammensetzung der verwendeten Eichsubstanz auf, wodurch Fehler in der quantitativen Bestimmung infolge verschieden großen Einflusses „dritter Partner" entstehen. Ferner ist die direkte Bestimmung der Spurenmetalle mit wenigen Ausnahmen nicht möglich, da deren Konzentration in der Pflanzenasche meist unter der Empfindlichkeit der Spektralanalyse liegt.

Beide Schwierigkeiten können überwunden werden, wenn man die Spuren vor der Spektralanalyse von der großen Menge der Hauptbestandteile trennt. Von den möglichen Methoden zur Durchführung dieser Trennung sind Fällung mit Spurenfängern[3] und Extraktion am geeignetsten, um die Spuren verlustlos von den Hauptbestandteilen, Kieselsäure und Eisen, welches bei Verwendung von Spektrographen mit geringer Dispersion zu Störungen durch Koincidenzen führen könnte, abzutrennen und möglichst alle interessierenden Spurenmetalle zu erfassen.

Wir haben vor kurzem an dieser Stelle über die extraktive Anreicherung einer großen Zahl von Spurenmetallen in Wässern berichtet[4]. Das beschriebene Prinzip der Extraktion mit gemischten Reagenzien ist beim vorliegenden Problem ebenfalls mit Vorteil anwendbar. Die für das Entfernen von Kieselsäure und Eisen in Frage kommenden Methoden haben wir eingehend untersucht.

Entfernen der Kieselsäure.

Sowohl bei der Veraschung mit Mineralsäuren als auch bei der trockenen Veraschung des Probematerials besteht die Gefahr von Verlusten an Spuren durch Festhalten an der Kieselsäure. Der Aufschluß der Asche mit Soda und das Dehydratisieren der Kieselsäure sind zeitraubend, erfordern besonders gereinigte Soda und auch die auf diese Weise abgeschiedene Kieselsäure ist besonders bei Vorliegen kieselsäurereicher Materialien niemals spurenrein. Das Abrauchen mit Flußsäure ist meist erforderlich. Schneller kommt man zum Ziel, wenn man die Pflanzenasche gleich mit Flußsäure abraucht, doch ist hier die Gefahr von Verlusten an Spurenmetallen durch Verflüchtigung zu beachten. Vom Standpunkt der Löslichkeit des beim Flußsäureverfahren erhaltenen Rückstandes wäre die Verwendung von Flußsäure und Perchlorsäure am günstigsten, da sich mit Ausnahme von Kalium Perchlorate leicht in Wasser lösen. Leider verflüchtigen sich hierbei neben Silicium mehr oder weniger auch Mangan, Chrom, Germanium, Arsen, Antimon und Rhenium, von welchen besonders Mangan und Chrom von Bedeutung sind. Obzwar Mangan in der Asche direkt bestimmbar ist, wird man

diese Verluste zu vermeiden suchen. Verwendet man Schwefelsäure, so treten die Verluste an Chrom und Mangan nicht ein, wenn man zuerst mit etwas Schwefelsäure in die nicht flüchtigen Sulfate überführt und dann Flußsäure zusetzt. Man muß aber die geringere Löslichkeit des Rückstandes hierfür in Kauf nehmen.

Entfernen von Eisen.

Diese Operation ist nur bei Verwendung kleiner Spektrographen (z. B. Spektrograph für Chemiker von Zeiss) erforderlich. Über einige Methoden der Abscheidung von Eisen haben wir an anderer Stelle berichtet[5]. Grundsätzlich soll in der Spurenanalyse kein Haupt- oder Nebenbestandteil wegen der damit stets verbundenen Fehler verursachenden Erscheinungen (Okklusion, Adsorption, Mitfällung usw.) durch Fällung entfernt werden, es sei denn, die Fehler können durch eine Weiterbehandlung der Fällung ausgeschaltet werden.

Wir entfernten Eisen durch Kombination einer Benzoatfällung und Ätherextraktion der in Salzsäure gelösten basischen Benzoate. Von den gefällten Benzoaten sind nur Eisen und Zinn mit Äthersalzsäure extrahierbar, doch wurde zuweilen bei hohen Eisengehalten Molybdän mitgefällt, welches dann bei der Extraktion mit dem Eisen in die Ätherphase ging. Da Molybdän meist von Interesse ist, suchten wir die Benzoatfällung durch ein Extraktionsverfahren zu ersetzen.

Die Versuche mit zahlreichen organischen Reagenzien (darunter Oxin, Kupferron, Kupron, Salicylaldoxim, Thionalid, Isonitrosoacetophenon, Nitrosonaphthol) und Chloroformextraktion der Metallkomplexe bei verschiedenen p_H-Werten blieben ohne befriedigenden Erfolg, da die Extraktion von Milligrammengen Eisen als metallorganischer Komplex umständlich ist und da stets auch andere Metalle das Eisen in die Chloroformphase begleiten.

Tabelle 1. *Extraktion der Chloride aus 6,5 n Salzsäure mit Äthyläther*[6, 7].

H																	He
Li	Be												B	C	N	O	F	Ne
Na	Mg												Al	Si	P	S	Cl	Ar
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn		Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd		In	Sn	Sb	Te	J	X
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg		Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn
Fa	Ra	Ac	Th	Pa	U													

□ = gute Extraktion [ ] = geringe Extraktion

Eine günstigere Lösung fanden wir in der Kombination von Äther-Salzsäureextraktion der Chloride und Ätherextraktion der Rhodanide.

Tabelle 2. *Extraktion der Rhodanide mit Äthyl- oder Isopropyläther.*

H																He
Li	Be										B	C	N	O	F	Ne
Na	Mg										Al	Si	P	S	Cl	Ar
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	J	X
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn
Fa	Ra	Ac	Th	Pa	U												

(Extraktion in bestimmten Oxydationsstufen bei verschiedenen H^+- und Rhodan-Ionenkonzentrationen.)

Bei der Äthersalzsäureextraktion gehen die Elemente:

Fe^{3+}, Mo^{6+}, Ga, Au^{3+}, As^{3+}, As^{5+}, Sb^{3+}, Sb^{5+}, Sn^{2+}, Sn^{4+} u. Tl^{3+}

in die Ätherphase, ferner Spuren von:

Cu (0,05%)*, Hg (0,2%), In, V^{5+} und Zn (0,2%).

Nach Reduktion mit Natriumdithionit gelingt es, von diesen Elementen Mo^{5+}, Ga, In, Sn, V^{4+} und Zn als Rhodankomplexe auszuschütteln und dadurch von Eisen zu trennen. Eisen verbleibt in der wäßrigen Phase, da es nach der Reduktion zu Fe^{2+} nicht mehr als Rhodankomplex ätherlöslich ist. Wenn man hierbei die Oxydation von Fe^{2+} durch Luftsauerstoff verhindert, indem man kleine Schütteltrichter verwendet, die von der Lösung zu $^3/_4$ gefüllt sind, und einen geringen Überschuß an Dithionit zusetzt, beträgt die Menge an extrahiertem Eisen auch bei großen Mengen weniger als 0,01% der Gesamtmenge (10 mg Fe^{3+} benötigen theoretisch etwa 15 mg Na-dithionit). Die Elemente Au, As, Sb, Hg und Tl werden zum Element reduziert oder bilden ein ätherunlösliches Rhodanid. Es muß daher auf ihre Bestimmung auf diesem Wege verzichtet werden.

In Verbindung mit der Extraktion mit gemischten organischen Reagenzien können auf diese Weise nachstehende Elemente bestimmt werden Ag, Al, Bi, Cd, Co, Cr, Cu, Ga, In, Mn, Mo, Ni, Pb, Pd, Pt, S.E., Sc, Th, Ti, V, Y, Zn und Zr.

Ausführung der Spurenanalyse pflanzlicher Materialien.

Zur Untersuchung darf nur Probematerial verwendet werden, das weder durch Staub, Sand oder Erde, noch durch Schädlingsbekämpfungsmittel oder ungeeignetes Verpackungsmaterial verunreinigt ist.

Das Pflanzenmaterial wird bei 65–70° C im Trockenschrank in geräumigen Porzellanschalen getrocknet und in einer Reibschale aus Eisen zerkleinert.

1. Veraschen der Probe und Entfernen der Kieselsäure.

10—20 g des trockenen, zerkleinerten (nicht pulverisierten) Materials werden in der Platinschale bei 450–500° C im Muffelofen unter Luftzutritt über Nacht

* Bei einmaliger Extraktion mit gleichem Volumen Äther.

verascht. Der Rückstand wird mit etwas dest. Wasser und einigen Tropfen konzentrierter Salpetersäure befeuchtet und nach dem Eintrocknen nochmals zur vollständigen Veraschung in die Muffel gestellt.

Man versetzt nun die Asche mit 1—2 ml Schwefelsäure (1:1) und 5 ml Flußsäure und erhitzt auf dem Sandbad langsam bis zur Entwicklung von SO_3-Dämpfen. Nach dem Abkühlen und erneutem Zusatz von etwa 2 ml Flußsäure beläßt man bis zum Aufhören der Entwicklung von SO_3-Dämpfen auf dem Sandbad.

2. Entfernung von Eisen.

Den Rückstand in der Platinschale erhitzt man mit 5 ml 6,5 n Salzsäure zum Sieden, kühlt kurz im Wasserbad, führt in einen 100 ml-Schütteltrichter über und versetzt mit 3 Tropfen Wasserstoffperoxyd (30%ig). Die Platinschale wird mit 20 ml 6,5 n Salzsäure nachgespült, wobei man eventuell ungelöste Bestandteile mit in den Schütteltrichter nimmt. Nach dem vollständigen Abkühlen der Lösung schüttelt man mit 25 ml Äthyläther, den man vorher mit 6,5 n Salzsäure gesättigt hat, eine Minute lang aus. Nach dem Scheiden der Schichten saugt man die Ätherschicht von oben mit Capillare und Saugglocke möglichst vollständig ab, ohne aber etwas von der wäßrigen Phase mitzunehmen. Die Extraktion wird hierauf noch zweimal mit je 25 ml Äther wiederholt. Die Ätherextrakte werden vereinigt.

2a. Die salzsaure Phase samt gegebenenfalls ungelösten Bestandteilen läßt man nun quantitativ unter Nachwaschen mit destilliertem Wasser in eine Quarzschale ab, setzt 1 ml konzentrierte Salpetersäure zu und verdampft auf mäßig warmen Sandbad. Hierbei gehen noch ungelöste Bestandteile in Lösung.

2b. Von den vereinigten Ätherextrakten treibt man nach Zusatz von 5 ml n Salzsäure den Äther vollständig ab, kühlt und bringt unter Nachwaschen mit 5—10 ml n Salzsäure in einen Schütteltrichter. Nun fügt man für je 10 ml Lösungsvolumen 0,5 ml einer 20%igen Ammoniumrhodanidlösung und mit einem Platin- oder Glasspatel unter Schwenken geringe (Milligramm-) Mengen festes Natriumdithionit zu, bis sich die Lösung entfärbt, und etwa die Hälfte der bereits zugesetzten Menge als Überschuß. Molybdän gibt unter diesen Bedingungen einen orangeroten Mo-V-Komplex[8], doch ist in Pflanzen der Molybdängehalt zu gering, um die Farbe wahrzunehmen. Nun extrahiert man mit etwa 10 ml Äther und wiederholt die Extraktion mit je 10 ml Äther noch zweimal, wobei man jedesmal einige Tropfen Rhodanidlösung und etwas Natriumdithionit zusetzt. (Beachte die Erläut. S. 425/6.)

Die vereinigten Ätherextrakte fügt man zur abgekühlten Lösung 2a., verdampft den Äther und bringt auf dem Wasserbad zur Trockne. Gegen Ende setzt man einige Tropfen konzentrierte Salpetersäure zu, bis die rotbraune Zersetzungsfarbe des Rhodans nicht mehr auftritt. Der Trockenrückstand wird mit einigen Tropfen Salzsäure (1:1) angefeuchtet und mit 150—300 ml destilliertem Wasser (eventuell unter Erhitzen) in Lösung gebracht. Diese Lösung enthält die zu bestimmenden Spuren neben Alkalien, Erdalkalien und Phosphorsäure.

Bei Verwendung eines Spektralapparates genügender Dispersion unterbleibt die Eisentrennung. Man löst in diesem Falle den Rückstand der Kieselsäureabscheidung in der eben beschriebenen Weise mit 150—300 ml dest. Wasser.

3. Extraktive Anreicherung und spektralanalytische Bestimmung.

Die Lösung führt man in einen geeigneten (250—500 ml) Schütteltrichter über und extrahiert nun mit Diäthyldithiocarbaminat, o-Oxychinolin und Dithizon bei p_H 3, 5, 7, 9 wie früher[4] beschrieben.

Die vereinigten Chloroformextrakte werden nach dem Abdestillieren von Chloroform in eine Quarzschale gebracht und als Bezugselement werden 10 μl 0,1%ige Be^{++}-Lösung, welche 10% Kaliumnitrat als spektrographischen Puffer enthält, zugesetzt. Die Metallkomplexe verascht man unter Luftzutritt im Muffelofen, den man langsam bis auf 350° C erhitzt. Zuerst verflüchtigt sich freies Oxychinolin. Den verkohlten Rückstand versetzt man mit einigen Tropfen konz. Salpetersäure und bringt die Veraschung im Muffelofen bei 350° C zu Ende. Den Rückstand löst man in einigen Tropfen Königswasser auf dem siedenden Wasserbad und beläßt auf diesem bis zum vollständigen Verdampfen der Säure. Zweckmäßig verwendet man hier und bei jedem Eindampfen mäßige Oberhitze zur Beschleunigung der Operation. (Ein Erhitzen der Chloride über Wasserbadtemperatur ist jedoch wegen Gefahr von Verlusten zu vermeiden!) Der Trockenrückstand der Spurenmetalle wird nun in einem Tropfen verdünnter Salzsäure gelöst und mit einer Nullpunktpipette unter Nachwaschen auf 0,1 ml aufgefüllt. Diese Lösung spritzt man in ein Spitzröhrchen aus und funkt je 20 μl auf Kohleelektroden im Feussner-Funken ab[4].

Mit diesem Verfahren werden die Elemente Ag, Cd, Co, Cu, Mn, Mo, Ni, Pd, Pt, Ti, V in Mengen von 0,1 μg je Gramm trockenen Pflanzenmaterials, die restlichen Elemente von etwa 1 μg aufwärts je Gramm Pflanzenmaterial erfaßt. Wir haben in Modellversuchen die zugesetzten Elemente Al, Bi, Cd, Co, Cu, Mn, Mo, Ni, Pb, Ti, V und Zn mit einem Fehler von etwa $\pm 20\%$ wiedergefunden. Die übrigen Elemente wurden durch Vergleich mit Testspektren halbquantitativ bestimmt. Meist genügt es in der Praxis, die bedeutenden Spurenelemente zu photometrieren und sich über sonstige vorhandene Elemente nur qualitativ oder halbquantitativ zu orientieren. Bei sehr manganreichen (über 100 μg g) Materialien ist es bei kleinen Spektralapparaten angebracht, die angereicherten Spuren auf ein Lösungsvolumen von 0.2 ml (mit 20 μl Be-Lösung) zu bringen, um Störungen durch Manganlinien zu vermeiden. Störungen durch andere Elemente konnten wir trotz der großen Zahl der erfaßbaren Spuren niemals feststellen, da kaum alle genannten Elemente in einer Probe vergesellschaftet auftreten und außerdem in den meist geringen Mengen nur mit wenigen Spektrallinien erscheinen.

Größte Sorgfalt verdient die Vermeidung von Verunreinigungen, da pflanzliche Materialien zu den Probesubstanzen zählen, deren Gehalte an Spurenelementen sehr leicht verfälscht werden. Bereits geringe Verunreinigungen mit Erde können zu hohe Werte für Al, Co, Mn, Ni, Ti und V ergeben, da diese Elemente im Boden in weit größeren Mengen als in den Pflanzen enthalten sind. Trotzdem im beschriebenen Verfahren die Verwendung schwer zu reinigender Reagenzien auf ein Minimum beschränkt ist, können auch auf diesem Wege Verunreinigungen auftreten. Der Reinheitsgrad der Reagenzien und Säuren ist stets durch Blindwertbestimmungen zu überprüfen. Das übliche destillierte Wasser in Laboratorien ist erst nach Redestillation in Glas- oder Quarzgeräten verwendbar, da es meist Spuren von Cu, Pb und Zn enthält.

Zusammenfassung.

Die Spurenmetalle pflanzlicher Materialien werden vor der spektralanalytischen Bestimmung von den Hauptbestandteilen getrennt. Fehler in der Bestimmung, die durch Variation in der Zusammensetzung der Hauptbestandteile der Pflanzenaschen beim Vergleiche mit Standardmischungen bewirkt werden, können hierdurch ausgeschaltet und die Spuren in ein kleines Lösungsvolumen konzentriert werden.

Das Pflanzenmaterial wird getrocknet und bei 450—500° C verascht. Die Kieselsäure wird mit Flußsäure abgeraucht. Bei Verwendung kleiner Spektralapparate wird Eisen durch kombinierte Äthersalzsäure- und Rhodanidextraktion eliminiert. Die Anreicherung der Spurenmetalle erfolgt durch Extraktion mit gemischten organischen Reagenzien (Diäthyldithiocarbaminat, o-Oxychinolin und Dithizon) in Chloroform. Das Verfahren erfaßt über 20 Spurenelemente in Mengen von 0,1 bzw. 1 μg und mehr je Gramm trockenem Material.

Literatur.

[1] Mitchell, R. L.: „The spectrographic analysis of soils, plants and related materials", Commonwealth bureau of soil science, Harpenden 1948. — [2] Scharrer, K.: „Biochemie der Spurenelemente", Berlin: Springer 1941. — [3] Mitchell, R. L., and R. O. Scott: Spectrochimica Acta **3**, 367 (1948). — [4] Pohl, F. A.: Diese Z. **139**, 241 (1953); I. Mittlg. — [5] Gorbach, G., u. F. A. Pohl: Mikrochemie **38**, 328 (1951); vgl. diese Z. **137**, 356 (1952/53). — [6] Hillebrand, W. F., and G. E. F. Lundell: „Applied Inorganic Analysis", S. 107. Wiley, New York: 1929. — [7] Dodson, R. W., G. E. Forney and E. H. Swift: J. Amer. chem. Soc. **58**, 2375 (1936). — [8] Babko, A. K.: Chem. Abstracts **42**, 476 (1948).

Priv.-Doz. Dr. Ing. F. A. Pohl, Technische Hochschule Graz,
Institut für Mikrochemie, Schlögelgasse 9.

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie.

I. Allgemeine analytische Methoden, analytische Operationen, Apparate und Reagenzien.

Coulometrische Analyse. *Submikrogramm-Mengen von Silber* bestimmen S. S. Lord jr., R. C. O'Neill und L. B. Rogers[1] auf coulometrischem Wege. Nach Abscheidung des Silbers auf einer Platinelektrode lösen sie es elektrolytisch bei gleichförmig ansteigender Spannung von 0—1,0 Volt gegen eine Standard-Kalomelelektrode wieder auf und messen die Stromstärke in Abhängigkeit von der Zeit. Durch planimetrische Integration der Strom-Zeit-Kurve ergibt sich die der Silbermenge äquivalente Anzahl von Coulombs. In der im Original an Hand einer Schaltskizze

[1] Analyt. Chemistry **24**, 209 (1952). Massachusetts Inst. Technol., Cambridge, Mass. (USA).

ausführlich beschriebenen Apparatur kann man zwei Stromkreise, einen zur Abscheidung und einen zur Wiederauflösung des Silbers, rasch ineinander umwandeln. Bei den in Betracht kommenden Silbermengen von 10^{-8} bis $5 \cdot 10^{-10}$ g in 20 μl bis 25 ml 0,1 n Salpetersäure oder Schwefelsäure erwies sich eine Pt-Elektrode von etwa 0,2 cm² Oberfläche am geeignetsten, weil dabei bei gleichzeitig annehmbarer Versuchsdauer der durch Reststrom verursachte Blindwert ziemlich klein ist. Zur Untersuchung besonders kleiner Lösungsvolumina diente als Elektrolysiergefäß ein kleiner Wachswürfel mit Bohrung, eingeschmolzener Elektrode und Stromzuführung. Um aus verhältnismäßig großer Flüssigkeitsmenge (bis 25 ml) in sehr starker Verdünnung vorliegendes Silber noch in tragbarer Zeit abzuscheiden, wurden eine Mikrorührelektrode mit 600 U/min und als Elektrolyt 0,1 n Kaliumsulfat benutzt.

Ultramikromengen von Mangan bestimmen W. D. Cooke, C. N. Reilley und N. H. Furman[1] durch *coulometrische* Titration mit einer schon früher[2] beschriebenen Versuchsanordnung, die das Potential der Lösung amperometrisch anzeigt. Das Mangan muß als Permanganat vorliegen und wird durch elektrolytisch aus Eisen(III)-ammoniumsulfatlösung entwickeltes Fe^{++} zu Mn^{++} reduziert. Man füllt in die Titrationszelle 5 ml 0,01 n Ferriammoniumsulfat- und 0,2 ml 0,01 n Mangan(II)-sulfatlösung. Das Potential dieser Lösung ist größer als das geeignetste von 0,87 Volt, wo wegen der Steilheit des Potentialverlaufs die Empfindlichkeit am größten ist. Durch kathodische Reduktion von Fe^{3+} zu Fe^{++} bringt man das Potential auf genau 0,87 Volt herunter, stellt das Galvanometer im Indicatorkreis durch einen Kompensationsstrom auf einen Wert nahe bei Null und fügt die zu titrierende Permanganatlösung hinzu. Durch momentanen Verbrauch eines Teils der vorher gebildeten Fe^{++}-Ionen steigt das Potential, sinkt aber durch Neubildung von Fe^{++} allmählich wieder auf den ursprünglichen Stand zurück. Die hierzu erforderliche Zeit wird gemessen. Auf diese Weise können noch Mengen von 0,001—0,0005 μg Mangan in 1 ml Lösung mit einer Genauigkeit von durchschnittlich 5% bestimmt werden. — Betreffs apparativer Einzelheiten muß auf die Originalarbeit verwiesen werden. F. Neumann.

Über millicoulometrische Titrationen von Cer(IV), Vanadin(V), Dichromat und Permanganat mit kathodisch gebildetem Eisen(II) berichtet L. Meites[3]. Generatorstromkreis: Platindrahtkathode in die Probelösung tauchend — Strombrücke mit 2 n Schwefelsäure gefüllt — Becherglas mit gesättigter KCl-Lösung gefüllt — Strombrücke gefüllt mit 4%iger Agar- und gesättigter KCl-Lösung — gesätt. Kalomelelektrode. Die beiden Elektroden werden über eine 1,5 V-Trockenbatterie, einen 100000 Ohm-Dekadenrheostaten und ein Millicoulometer verbunden. Die Zeit des Stromflusses wird mit einer elektrischen Stoppuhr gemessen. Das Millicoulometer[4] ist so konstruiert, daß der durchfließende Strom eine oscillierende Bewegung zwischen zwei Kontakten hervorruft. Die Zahl der Oscillationen wird registriert; sie ist der durchgeflossenen Strommenge proportional. Eingebaute, beliebig wählbare Widerstände von 1, 10, 100, 1000 und 10000 Ohm ermöglichen die Verwendung des Coulometers für Ströme von 80 mAmp bis 5 μAmp Indicatorstromkreis: Platinelektrode in die Probelösung tauchend — Strombrücke — gesätt. Kalomelelektrode. Zwischen die Elektroden ist eine Apparatur zur Messung der Potentialdifferenz geschaltet. Der Endpunkt der Reaktionen wird potentiometrisch indiziert.

[1] Analyt. Chemistry **24**, 205 (1952). Princeton Univ., Princeton, N. J. (USA).
[2] Analyt. Chemistry **23**, 1662 (1951); vgl. diese Z. **137**, 370 (1952/53).
[3] Analyt. Chemistry **24**, 1057 (1952). Yale University, New Haven, Conn. (USA).
[4] Eingehende Beschreibung bei S. Bogan, L. Meites, E. Peters und J. M. Sturtevant, J. Amer. chem. Soc. **73**, 1584 (1951).

Bei diesem Verfahren ist auf gute Potentialeinstellung zu achten. Sie ist gewährleistet, wenn die Konzentrationen der Eisenlösung und der Probelösung innerhalb gewisser Grenzen aufeinander abgestimmt sind. Auch ist die Anwesenheit von Phosphorsäure nötig. — *Bestimmung.* Man füllt in den Titrierbecher 100 ml Schwefelsäure-Phosphorsäuregemisch, in dem die Konzentration der Schwefelsäure 0,2—5 m und die der Phosphorsäure 0,01—0,2 m betragen kann, sowie 0,1 m perchlorsaure 0,1 m Eisen(III)-perchloratlösung. Bei geringen Probemengen (unter 0,3 Mikroäquivalenten) soll die Konzentration der Eisenlösung im Titrat 0,0001 m bis 0,002 m betragen. 10 min vor der Titration beginnt man Kohlendioxyd, das mit saurer Permanganatlösung gewaschen wird, durch die Lösung zu leiten und unterbricht den Gasstrom auch nicht beim Titrieren. Zur Entfernung reduzierender Verunreinigungen führt man eine Vortitration aus, indem man etwa 0,2 Mikroäquivalente des zu bestimmenden reinen Stoffes zur Lösung in den Becher fügt und coulometrisch bis zum Potential des Äquivalenzpunktes (+ 0,80 Volt gegen die gesätt. Kalomelelektrode bei der Cerbestimmung, für die anderen Reaktionen fehlen die entsprechenden Voltzahlen) titriert. Jetzt fügt man die Probe in den Becher und titriert bis zum gleichen Potential. Man berechnet n, die Anzahl Oscillationen je Sekunde, nach $n = (C - tR_0)/t$, worin C die gesamte Registerablesung für die Titration, R_0 einen Blindwert der Registerablesung je Sekunde und t die Reaktionszeit bedeuten. Aus einem Eichdiagramm (Mikrofarad gegen n aufgetragen) läßt sich leicht die Anzahl der bei der Titration verbrauchten Äquivalente ermitteln. Die Beleganalysen von Probemengen zwischen 200 und 0,1 Mikroäquivalenten zeigen relative Fehler von einigen Zehntel Prozenten. Der Fehler wächst auf einige ganze Prozente bei Probemengen zwischen 0,1 und 0,005 Mikroäquivalenten.

Der Stabilitätsbereich von Oxydationsstufen, die bei der Elektrolyse einiger Stoffsysteme auftreten können, wird von P. Delahay[1] an Hand von Diagrammen (Gleichgewichtspotentiale aufgetragen gegen den Logarithmus der maßgebenden Ionenkonzentration) festgelegt. Die Ergebnisse derartiger Untersuchungen sind in der Coulometrie anwendbar, wenn es sich um Gleichgewichtsreaktionen handelt. Man hat es aber auch mit irreversiblen Vorgängen zu tun, die die Anwendung von Überspannungen erfordern. Diese Spannungen können aus der Polarisationskurve für die betreffende Reaktion entnommen werden. R. Lang.

Ionenaustausch. E. R. Tompkins[2] berichtet *über Anwendungen des Ionenaustausches in der analytischen Chemie.* Neben Hinweisen auf bekannte Untersuchungen befaßt sich der Bericht im besonderen mit der Möglichkeit selektiver Trennungen und mit den Bemühungen um die Festlegung der „Austauschkonstanten". Wenn diese zukünftig für verschiedene Austauschreaktionen besser bekannt sein werden, wird die Zahl der Anwendungsmöglichkeiten der Ionenaustauscher in der analytischen Chemie noch ansteigen. Die Benutzung radioaktiver Isotopen kann zur Lösung analytischer Fragen ebenfalls erheblich beitragen.

Zur Herstellung von 0,001 n KOH-Lösung von konstantem Titer durch Ionenaustausch benutzen B. W. Grunbaum, W. Schöniger und P. L. Kirk[3] die in Abb. 1 (S. 432) gezeigte Vorrichtung. Das Glasrohr (400 × 16 mm) enthält an seinem unteren Ende

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **6**, 542 (1952). Louisiana State Univ., Baton Rouge, Louis. (USA).

[2] Analyst (London) **77**, 970 (1952). US. Nav. Radiol. Defense Lab., San Francisco, Calif.

[3] Analyt. Chemistry **24**, 1857 (1952). Univ. of California, Medical School, Berkeley Calif. Vgl. auch J. Steinbach u. H. Freiser, Analyt. Chemistry **24**, 1027 (1952); vgl. diese Z. **138**, 428 (1953).

eine Sinterplatte. Die angeschmolzene Capillare hat einen Durchmesser von 1 mm. Der Auslauf an dem angeschlossenen Vorratsgefäß führt zu einem Gummikatheterschlauch. Unterhalb des Capillarhahnes führt eine Abzweigung mittels eines Gummischlauches zu der Auslaufspitze einer Capillarbürette, die durch Öffnen des Hahnes gefüllt wird. Wenn der Hahn geschlossen ist, fließt die Lösung aus dem Auslauf aus. Über der Säule befindet sich ein Tropftrichter mit 0,0010 n Kaliumchloridlösung, der über einen Kunststoffschlauch (Tygon) mit der Auslaufspitze an der Säule verbunden ist. Durch feine Rillen in dem Hahnküken kann der Zufluß genau geregelt werden, auch durch Heben oder Senken des Trichters. Die Säule ist mit dem stark basischen Anionenaustauscher Amberlite XE-67 in der OH-Form (bis zur neutralen Reaktion mit doppelt destilliertem Wasser ausgewaschen) beschickt. Man läßt aus dem Tropftrichter erst 200 ml Kaliumchloridlösung in schnellem Strom durch die Säule fließen, um das Wasser zu verdrängen, und regelt dann die Durchlaufgeschwindigkeit auf 2 ml/Std. — Die Titrationen mit Kaliumhydrogenphthalat und Benzoesäure erfolgen in CO_2-freier Atmosphäre entweder mit Farbindicatoren oder elektrometrisch. Es wird eine Normalität von 0,00105 (am besten mit Benzoesäure) gefunden. Die Anordnung reicht etwa 8—10 Monate lang aus, und die Erschöpfung des Austauschers ist an seiner Farbänderung deutlich erkennbar.

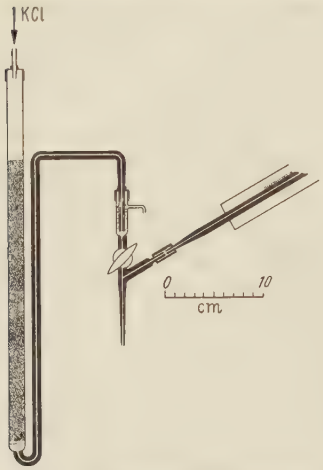

Abb. 1. Vorrichtung zur Herstellung sehr verdünnter Lauge durch Ionenaustausch.

Die Trennung von Ketonen (Aceton und Methyläthylketon) von Alkoholen (Methanol und Äthanol) mittels Ionenaustausches führen G. Gabrielson und O. Samuelson[1] unter Verwertung der früher[2] gefundenen Ergebnisse aus. Ein stark basischer Anionenaustauscher (Amberlite IRA 400) in der Hydrogensulfit-Form vermag nämlich Ketone (und Aldehyde) in Form der α-Oxysulfonsäure zu binden, während Alkohole durchlaufen. Die gebundenen Ketone lassen sich durch Auswaschen mit Wasser von 75° C (Säule mit Mantel) zu 99% eluieren. Um Verluste an Keton zu vermeiden, muß das Auslaufrohr mit Eiswasser gekühlt werden. Die Säule muß eine Länge von 550 mm und einen Durchmesser von 9,8 mm haben. Der Austauscher wird in der Korngröße von 0,12 –0,3 mm (lufttrocken) verwendet. Wegen des großen Durchlaufwiderstandes wird unter Anwendung von Druck gearbeitet. Durchlaufgeschwindigkeit 2 ml/min. Die Probelösung wird als wäßrige Lösung aufgebracht. Die Alkohole werden pyknometrisch in den späteren Anteilen des Durchlaufes bestimmt, wenn die Konzentration der einlaufenden Lösung gleich der des Durchlaufes geworden ist (nur brauchbar bei kleinen Ketonkonzentrationen der Probelösung). Die Ketone können spektrophotometrisch im UV bestimmt werden. Um bis etwa 1 g Aceton auszuwaschen, werden 300 ml Wasser (75° C) gebraucht, während für die etwa gleiche Menge Methyläthylketon nur 200 ml nötig sind. Die Ketone können auch mit einer Pufferlösung, die 0,15 m an $NaHCO_3$ und 0,075 m an Na_2CO_3 ist, ausgewaschen werden, z. B. Aceton mit 200 ml.

[1] Acta chem. scand. (Kopenhagen) **6**, 738 (1952). Chalmers Tekniska Högskola. Göteborg, (Schweden).

[2] Gabrielson, G., u. O. Samuelson: Svensk kem. Tidskr. **62**, 214 (1950); vgl. diese Z. **135**, 291 (1952).

Die Trennung von Aldehyden und Ketonen von organischen Säuren mittels Ionenaustausches führen G. Gabrielson und O. Samuelson[1] durch. Sie benutzen einen stark basischen Anionenaustauscher (Amberlite IRA 400 bzw. Dowex 2) in den Korngrößen 0,12—0,3 mm bzw. 0,12—0,25 mm, den sie durch Behandlung mit einer m $NaHCO_3$-Lösung in die Hydrogencarbonat-Form überführen. Diese hat sich als die am besten brauchbare erwiesen. Sie bindet die organischen Säuren, während die Aldehyde und Ketone (Formaldehyd, Acetaldehyd, Furfurol, Benzaldehyd, Crotonaldehyd, Glyoxal, Aceton und Methyläthylketon) quantitativ in den Durchlauf gehen. Nur Salicylaldehyd und Vanillin werden wegen ihrer Phenolgruppen fast quantitativ vom Austauscher gebunden. Die gebundenen organischen Säuren werden durch Behandlung des Austauschers mit 0,1 m Na_2CO_3-Lösung eluiert. Diese Lösung wird mit dem Kationenaustauscher Amberlite IR 120 in der H-Form behandelt, und hierdurch werden die Säuren freigemacht, die nach dem Verkochen des Kohlendioxyds alkalimetrisch gegen Phenolphthalein titriert werden. Geprüft wurden nur *Ameisensäure* und *Essigsäure*. — Die *Arbeitsweise* muß gegenüber der gewöhnlichen Säulenmethode etwas geändert werden, weil sowohl bei der Behandlung der Probelösung mit der Hydrogencarbonat-Form des Anionenaustauschers als auch des sodaalkalischen Eluates mit dem Kationenaustauscher in der H-Form CO_2-Entwicklung stattfindet, die durch Blasenbildung in einer Säule u. U. das Durchlaufen der Lösung ganz verhindert. Deshalb wird die Probelösung erst in einem Becherglas $^1/_2$ -1 min lang mit dem Hydrogencarbonat-Austauscher geschüttelt (nicht länger!). Dann bringt man Lösung und Harz in eine Säule, die eine etwa 3 cm hohe Schicht desselben Austauschers enthält, läßt die Lösung ablaufen (8 ml/min) und wascht mit 200 ml Wasser nach. Die Carbonylverbindungen können (mit Ausnahme von Formaldehyd und Glyoxal) spektralphotometrisch im UV bestimmt werden. Die Säuren werden mit 100 ml 0,1 m Na_2CO_3-Lösung eluiert. Das Eluat wird ebenso erst mit dem H-Kationenaustauscher geschüttelt, dann werden Lösung und Austauscher in eine Säule mit einer dünnen Schicht Austauscher gebracht und durchlaufen gelassen. Der Durchlauf wird zur Entfernung von CO_2 10 min lang unter Rückfluß gekocht und dann titriert.

A. Jindra und J. Rentz[2] bestimmen *Salze von Lokalanästhetica* durch Abtrennung der Base mittels des Anionenaustauschers Amberlite IRA 400 und deren Titration mit Säure unter Verwendung früherer Erfahrungen[3]. Die Arbeitsweise entspricht der dort geschilderten, nur muß die Säule vor und nach der Trennung mit heißem 95%igem Äthanol gespült werden. Die alkoholische Lösung wird titriert. Salben werden mit Äthanol ausgeschüttelt. Es wurden bestimmt: *Procain*, *Larocain*, *Tutocain*, *Nupercain*, *Amylocain*, *Amethocain* und *Diocain*. Die Anwesenheit von Elektrolyten stört. R. Klement.

Papierchromatographie. *Die direkte Titration von Molybdän und Vanadin* in ihren getrennten Tüpfeln ohne Elution oder Veraschung entwickelten Alice Lacourt, Ghislaine Sommereyns, Jeannine Hoffmann, Anne Stadler und G. Wantier[4]. Die chromatographische Trennung dauert 2—3 Std, die Titration selbst 15—20 min, die Bestimmung ist sonach insgesamt rascher ausführbar, als die Elution. Zur Entwicklung wurde ein Gemisch von 71 ml Aceton mit 20 ml Chloroform und 9 ml konz. Salzsäure, das mit einem Methyläthylketon-Chloroform-

[1] Acta chem. scand. (Kopenhagen) **6**, 729 (1952). Chalmers Tekniska Högskola, Göteborg (Schweden).

[2] J. Pharmacy Pharmacol. **4**, 645 (1952). Univ. Prag.

[3] Jindra, A., u. J. Pohorsky: J. Pharmacy Pharmacol. **2**, 361 (1950); **3**, 344 (1951); vgl. diese Z. **134**, 397 (1951/52); **135**, 292 (1952).

[4] C. R. Acad. Sci. (Paris) **234**, 2356 (1952).

gemisch 1:1 gesättigt wurde, benutzt. Die Trennung von Molybdän und Vanadin wird mit einem Gemisch von 60 ml Amylalkohol, 10 ml Benzol und 30 ml konz. Salzsäure vorgenommen, ebenso die Trennung von Molybdän und Chrom. Die Titration der auf 6 cm herausgeschnittenen Tüpfel erfolgt im weißen Licht in kleinen Bechern auf weißer Unterlage. Stickstoff wird zum Durchrühren verwendet. Meßflüssigkeit ist Bleinitratlösung, Indicator Diphenylcarbazid in pyridinhaltiger Lösung nach B. S. Evans[1], wobei der Endpunkt an der Rotfärbung von Diphenylcarbazid erkannt wird. Vor Zugabe von 0,5 ml der Indicatorlösung, die die sechsfache der von Evans vorgeschlagenen Konzentration besitzen muß, wird die Lösung auf p_H 7—8 gebracht, indem man 0,5 ml eines Lösungsgemisches zufügt, das in 100 ml 1 ml Salpetersäure (D 1,2) und 14 ml Pyridin enthält. Vanadin und Molybdän, die während der Trennung reduziert werden, müssen vor der Titration rückoxydiert werden, indem man die Tüpfel bei Vanadin 60 min, bei Molybdän 10 min NH_3-Dämpfen aussetzt. Die Vanadinlösung wird bei der Bestimmung mit 3 ml Aceton, die Molybdänlösung mit 1,5 ml Alkohol versetzt. Die Färbungen sind stets mit bekannten Parallellösungen zu vergleichen. — Die Methode soll noch auf andere Elemente erstreckt werden.

Zur papierchromatographischen Trennung von Nickel und Kupfer sowie Nickel und Kobalt wird von A. Lacourt, Gh. Sommereyns, O. Jacquet und G. Wantier[2] eine neue Arbeitstechnik angegeben. Sie unterscheidet sich von anderen für anorganische Verbindungen mitgeteilten dadurch, daß dem Entwickler keinerlei Komplexbildner bzw. organische Reagenzien zugefügt werden, vielmehr die Kationen nur gemäß ihren spezifischen Adsorptions- und Austauschfähigkeiten durch die OH- und COOH-Gruppen des Papiers fixiert werden. Jedes Kation und Anion der eingesetzten Salze spielt gegenüber den aktiven Gruppen des Papiers eine doppelte Verdrängerrolle, die nicht durch irgendwelche komplexbildende Substanzen erschwert wird; aus diesen labilen Komplexen lassen sich die Kationen und Anionen durch Säuren und Basen freilegen und im Eluat wie in reinen Lösungen bestimmen. Für Nachweis und Bestimmung sind eigene Papierstreifen (Whatman Nr. 4) zu verwenden, da vorerst die Lokalisation der Tüpfel durch ein geeignetes Reagens erfolgen muß. Die darauffolgende Elution erlaubt die Bestimmung der betreffenden Kationen nach einer der üblichen Methoden. Hier wird die spektrophotometrische Cu-Ermittlung mittels Diäthyldithiocarbamat bevorzugt bzw. die absorptiometrische Bestimmung von Ni mit Dimethylglyoxim. Die Technik der quantitativen Trennung von Ni und Cu ist folgende: 0,01 ml Lösung mit etwa 10 μg Ni und Cu wird 3,5 cm vom oberen Rand auf der Basislinie des Papierstreifens (1 × 25 cm) aufgebracht und bei 35° C durch Infrarotstrahlung getrocknet. Man entwickelt absteigend mit Aceton, das 10 Vol% konz. Salzsäure enthält. Gleichzeitig unterwirft man 4 Proben für die Ni- und 4 Proben für die Cu-Bestimmung der Chromatographie. Auf 2 Blindpapierstreifen setzt man 0,01 ml 1:1 verdünnte Salzsäure und trocknet ebenso. Die Entwicklung ist nach 60 min beendet. Die Flüssigkeitsfront wird mit Bleistift markiert und die Streifen werden wieder durch Infrarot-Strahlung getrocknet. Zur Feststellung der Lage des Ni- und Cu-Tüpfels wird der Prüfstreifen zuerst mit einer acetonischen 1%igen Dimethylglyoximlösung behandelt, der Rest des Streifens bis zum Verdunsten des Lösungsmittels mit Glasplatten abgedeckt. Hierauf schützt man ebenso den entwickelten Ni-Tüpfel und entwickelt den Rest des Streifens mit einer acetonischen, 0,1%igen Lösung von Diäthyldithiocarbamat. Die Tüpfelstellen können sodann auf den anderen Streifen entsprechend herausgeschnitten werden. Das Eluierungsmittel läßt man in der dem

[1] Analyst (London) **64**, 1 (1939); vgl. diese Z. **121**, 361 (1941).
[2] Bull. Soc. chim. France **1951**, 873. Freie Univ. Brüssel.

Entwicklungsmittel entgegengesetzten Richtung durch die ausgeschnittenen Streifen wandern. Am besten bewährt sich 1:1 verdünnte Salzsäure als Eluierungsmittel. Cu wird binnen 30, Ni binnen 120 min eluiert. Die zahlreichen anderen experimentellen Einzelheiten müssen dem Original entnommen werden. H. FREYTAG.

Zur Unterscheidung der Mistellen von echten (vergorenen) Dessertweinen empfiehlt O. HÖGL[1] die papierchromatographische Glycerinbestimmung. In dem Lösungsgemisch Äthanol-Butanol-Wasser (1,1 – 4,0 + 1,9) ist der R_f-Wert für Glycerin 0,4, für Zucker 0,2. Eine Trennung gelingt nach einer Laufzeit von 4 bis 5 Std, wobei das Glycerin mit ammoniakalischer Silbernitratlösung sichtbar gemacht wird. Störende Einflüsse der Säuren werden durch Vorbehandlung des Weines mit einem Anionenaustauscher beseitigt. — Durch Vergleich mit Proben von bekanntem Glyceringehalt läßt sich in den untersuchten Weinen das Glycerin mit einer Genauigkeit von ± 1 g/Liter schätzen.

Mittels der Papierchromatographie gelingt auch eine ausgezeichnete Trennung des *Oxymethylfurfurols* (R_f 0,77) von den übrigen Bestandteilen des Weines.
J. KOCH.

W. RUF[2] untersuchte die *Brauchbarkeit der Papierchromatographie zum Nachweis von Fremdfarbstoffen im Wein*. Während der Rotweinfarbstoff selbst nicht exakt lokalisiert werden konnte, war es mit den Lösungsmitteln Phenol-Wasser und Äthylalkohol-Wasser (1:1) möglich, die Farbstoffe der Roten Rübe, der Heidelbeere, der Brombeere und der Holunderbeere im Wein nachzuweisen. Ebenso gelang der Nachweis von künstlichem „Bordeauxrot" und „Himbeerrot". H. SPERLICH.

P. MEREDITH und H. G. SAMMONS[3] haben eine *Horizontal-Papierchromatographie* eingeführt, die sich z. B. zur Chromatographie von *wasserlöslichen Nerven-Lipoid-Hydrolysaten* (mit HCl) vorzüglich eignet, welche aber nach den bisher üblichen Anstieg- und Absinkverfahren nur schlecht möglich war. Nach dem neuen Verfahren wird vor allem sichergestellt, daß das dicht über einer großen Flüssigkeitsoberfläche befindliche Papier überall gleich zusammengesetzten Dämpfen ausgesetzt ist und diese überall sehr nahe der Zusammensetzung der Flüssigkeit entsprechen.

Das Papier wird in einem flachen Glastrog von etwa 30×30×10 cm, der mit einer Glasplatte gut verschlossen werden kann, auf einem Glasrahmen befestigt, wie in Abb. 1 für die ein- bzw. zwei-dimensionale Chromatographie angegeben ist.

Abb. 1. Papierauflage in der Horizontalchromatographie für *a* eindimensionale, *b* zweidimensionale Entwicklung nach MEREDITH und SAMMONS.

Der Streifen (Whatman Nr. 54, 60×10 oder 60×5 cm) taucht am unteren Ende in den Entwickler (n-Butanol, Äthylenglykolmonoäthyläther, Wasser, Äthylalkohol und Ammoniak [D 0,880] im Volumverhältnis 4:4:4:1,5:1,25). Die Probelösung wird durch Extraktion von Nervengewebe mit Chloroform unter Stickstoffatmosphäre und 3stündige Hydrolyse mit 6 n methanolischer Salzsäure

[1] Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **95**, 177 (1952). Eidg. Gesundheitsamt, Bern.

[2] Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **94**, 190 (1952). Fa. Hans Müller, K. G., Rastatt (Baden).

[3] Analyst (London) **77**, 416 (1952). Univ. Birmingham (England).

gewonnen. Nach Absaugen der Methanol- und Salzsäuredämpfe wird mit Äther und Wasser geschüttelt, die wäßrige Phase wird abgetrennt, im Vakuum eingedampft und mit wenig 1 n Salzsäure aufgenommen. Diese Probelösung wird an der mit × bezeichneten Stelle aufgebracht (sie soll 30–60 μg Hydrolysat enthalten), gut eingetrocknet und dann samt Rahmen in den Trog eingesetzt, der den Entwickler bereits enthält. Dann wird 16 Std entwickelt. Danach kann das Papier sehr bequem im Rahmen getrocknet und besprüht, d. h. die Analyse ausgeführt werden, sei es nun mit der Ninhydrinreaktion (*Glutaminsäure, Serin, Äthanolamin und Sphingosin*), mit Phosphormolybdänsäure (*Cholin und Sphingosin*) oder mit ammoniakalischer Silbernitratlösung (*Inosit, Galactose und Glycerin*).

Mit breiteren Streifen (25 cm) werden auch zweidimensionale Chromatogramme entwickelt: Zunächst wird in wassergesättigtem Phenol entwickelt, dem 5% Äthylalkohol zugesetzt sind, dann mit Lutidin-Collidin (1+1)-Gemisch, das mit Wasser gesättigt ist und ebenfalls 5 Vol% Äthylalkohol enthält. Auf dem Chromatogramm wurden getrennt: *Lysin, Arginin, Glycin, Asparaginsäure, Serin (zusammen mit Glutaminsäure), Threonin, Alanin, Oxyprolin, Prolin, Histidin, Valin, Leucin (zusammen mit Isoleucin) und Tyrosin.* K. Cruse.

Eine Folge von Arbeiten von K. Heyns und G. Anders bzw. W. Walter[1] behandelt *das papierchromatographische Verhalten von Eiweißabbauprodukten und deren entsprechende Trennung.* In der ersten der Mitteilungen wird eine genaue Beschreibung der Apparatur und der Arbeitstechnik gegeben. Es werden *Tröge* für gleichzeitige Entwicklung von 32 ein- bzw. 4 zweidimensionalen Chromatogrammen auf 4 großen Filterbogen beschrieben. Als *Entwickler* dienen 1. Phenol (wassergesättigt) oder 2. n-Butanol (wassergesättigt) oder auch 3. ein Gemisch von 35 Vol% Pyridin, 35 Vol% Isoamylalkohol und 30 Vol% Wasser. *Papier*: *Schleicher & Schüll* 595, das von mehreren untersuchten am stärksten unterschiedliche Farbtönungen der Aminosäure-Tüpfel ergab. Bezüglich der vielen — im Prinzip jedoch kaum Neues bietenden — Einzelheiten der Konstruktion darf auf die Originalstelle verwiesen werden. — Die zweite Mitteilung enthält Angaben über das spezielle Verhalten von Aminosäuren und Peptiden mit den oben erwähnten Lösungsmitteln, sowie die bei dieser Gelegenheit ermittelten R_f-Werte von 27 Aminosäuren und 19 Peptiden. Auf die zahlreichen Einzelheiten kann im Rahmen dieses Berichtes wiederum nicht ausführlich eingegangen werden. Für den speziell Interessierten seien chromatographische Schemabilder a) leicht und schwer trennbarer (synthetischer) Aminosäuregemische, b) eines Gelatine- und eines Casein-Totalhydrolysats, c) von 4 Glycyl- und 3 Alanyl-Polypeptiden (Di-, Tri-, Tetra- und Pentaglycin[2]: Di-, Tri- und Tetra-Alanin[3]) erwähnt, deren Besonderheiten im Text näher besprochen werden. Bezüglich der *Aminosäuren* stellen die Verfasser einige Regelmäßigkeiten fest: 1. Alle α-Aminosäuren (mit einziger Ausnahme der α-Aminoisobuttersäure) liefern auf dem Papier bereits bei Raumtemperatur eine positive Ninhydrinreaktion, die, mit Schattierungen zwischen violett, blau, rot und braun beginnend, schließlich in einer einheitlich violetten Färbung endet. Die Farbe verblaßt im Laufe der Zeit, um nach Wochen völlig zu verschwinden. 2. Die Iminosäuren *Prolin* und *Oxyprolin* ergeben leuchtend gelbe bzw. orange Reaktion. 3. Die Aminodicarbonsäuren *Asparagin-* und *Glutaminsäure* bilden, mit Phenol als Entwickler, meist hufeisenförmige Flecken, deren Enden nach oben gerichtet sind. *Tyrosin, Lysin* und *Histidin* geben mit Phenol meist langgezogene, schmale Flecken, die in allen Medien schnell

[1] Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. **287**, 1, 8, 15 (1951). Chem. Inst., Univ. Hamburg.

[2] Je 50 μg, mit Phenol entwickelt.

[3] In Mengen von 20—50 μg; verschiedene Entwickler.

laufenden Aminosäuren, wie *Leucin*, *Norleucin*, *Phenylalanin*, *Norvalin* und andere, breit ausgezogene, verwaschene Tüpfel. 4. Homologe Aminosäuren zeigen mit wachsender Kohlenstoffzahl in allen Medien steigende R_f-Werte. 5. Bei isomeren Verbindungen weist die Aminosäure mit gerader Kette in allen Medien den höheren R_f-Wert auf. — Auch für Peptide werden bestimmte Regeln aufgestellt.

In der dritten Mitteilung beschäftigen sich die Verfasser mit der Trennung der *isomeren Leucine*. Eine systematische Prüfung der Verhältnisse ergab bei eindimensionaler Technik mit Butanol bzw. Butanol Eisessig keine brauchbaren Resultate, weil die damit erzeugten Tüpfel Neigung zu einer sehr ungünstigen, länglich-elliptischen Form mit Achsenverhältnissen zwischen 8 und 2 (abhängig von der Papiersorte!) zeigen. Eine glatte Trennung ist jedoch mit Pyridin/Amylalkohol[1] möglich; mit diesem Gemisch tritt keine störende „Überlappung" ein. Bei zweidimensionaler Technik kann (sogar bevorzugt!) in der „zweiten Richtung" auch Butanol Eisessig[2] Verwendung finden, zumal hierdurch eine besonders saubere Trennung von *Norvalin* und *Phenylalanin* erzielt wird. Die Trennung *Leucin-Isoleucin* erwies sich nicht nur in künstlichen Aminosäuregemischen, sondern auch in Caseinhydrolysaten als möglich und befriedigend. Es wird ein starker Einfluß der Faserrichtung auf die R_f-Werte beobachtet. R. Klockmann.

Über den Einfluß des Säuregrades auf die Mitfällung von Kobaltsulfid mit ausfallendem Zinn(IV)-sulfid stellten S. H. Simonsen und M. H. Booth[3] Untersuchungen an. 0,3 m KCl-Lösungen, die in 100 ml je 100 mg Zinn und 100 mg Kobalt enthielten, wurden mit entsprechenden Zusätzen von Salzsäure oder Kalilauge auf verschiedene p_H-Werte zwischen 1 und 4,5 gebracht, worauf man in der Kochhitze 5 min lang einen raschen Schwefelwasserstoffstrom durch die Lösungen leitete. Nach 45 min filtrierte man, wusch die Niederschläge mit H_2S-gesättigter 0,3 m KCl-Lösung, bis das Waschwasser Co-frei war, und bestimmte schließlich den Kobaltgehalt im Filtrat polarographisch. Zum Vergleich wurden zinnfreie Kobaltlösungen der gleichen Behandlung unterworfen. Die Versuche ergaben, daß Kobaltsulfid in zinnfreien Lösungen bei p_H 3, in zinnhaltigen Lösungen schon bei etwas niedrigerem p_H-Wert auszufallen beginnt, wobei offenbar die Zinnsulfidteilchen Kerne für die Kobaltsulfidbildung liefern. Die Oberfläche der gefällten Sulfide ist in Gegenwart der großen in Lösung befindlichen Mengen Kobalt mit adsorbiertem Kobalt gesättigt, die adsorbierte Menge bleibt innerhalb des untersuchten p_H-Bereiches unverändert. Die Versuchsergebnisse stimmen mit Beobachtungen anderer Autoren überein. H. Zellner.

II. Chemische Analyse anorganischer Stoffe.

Die photometrische Bestimmungsmethode von kleinen Mengen Titan, über die E. Hines und D. F. Boltz[4] berichten, beruht auf der Bildung eines stabilen, gelb gefärbten *Komplexes mit Ascorbinsäure*. Das Absorptionsmaximum des Komplexes liegt bei 360 mμ. Das Beersche Gesetz ist für Titankonzentrationen von 0,1 bis 25 μg/ml erfüllt. Bei Anwesenheit von 10 μg Ti/ml stören 1000 μg/ml folgender

[1] 35 Vol% Pyridin (rein, S-frei, Kp. 115/16° C), 35 Vol% Gärungsamylalkohol (Kp. 130/32° C), 30 Vol% Wasser. Ältere Mischungen färben sich gelb, wobei die Verteilungs- bzw. Trennwirkung abnimmt.

[2] 70 Vol% n-Butanol (Kp. 115/17° C), 7 Vol% Eisessig (p. a.), 23 Vol% Wasser. Eine gegebenfalls auftretende Trübung läßt sich durch Zusatz einiger Tropfen Eisessig beseitigen.

[3] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **7**, 27 (1952). Univ. Austin, Tex. (USA).

[4] Analyt. Chemistry **24**, 947 (1952). Wayne University, Detroit, Mich. (USA).

Elemente nicht: Al, Ba, Ca, Co, Cr, Cu, Fe^{II}, Fe^{III}, K, Mg, Mn, Na, NH_4, Ni, Sr, W^{VI}, Cl^-, NO_3^- und SO_4^{--}. Wenn mehr als 100 μg/ml vorhanden sind, stören: PO_4^{3-}, SiO_3^{--}, Mo^V, V^V. Fluor stört auch in kleinen Mengen. Der p_H-Wert hat im Meßvolumen in den Grenzen von 3,5—6,0 keinen Einfluß. — *Ausführung.* Von einer titanhaltigen Lösung (1—50 μg Ti/ml) pipettiert man einen aliquoten Teil (etwa 20 ml) in einen 50 ml-Meßkolben, fügt 10 ml Ascorbinsäurelösung [in 100 ml 1,00 g $NaHSO_3$ und 2,5 g l-Ascorbinsäure (Merck) enthaltend] und 5 ml konz. Essigsäure zu und mischt sorgfältig durch. Danach wird mit 5 n Natronlauge auf p_H 5 eingestellt und bis zur Marke verdünnt. Die Messung erfolgt in 10 mm-Quarzküvette gegen Blindansatz bei 360 mμ. Es ist aber auch Messung im sichtbaren Bereich bei etwa 400—420 mμ möglich. Die Eichkurve wird mit Titantestlösung aus Kaliumtitanoxalat, deren Gehalt man gravimetrisch ermittelt hat, unter den gleichen Bedingungen aufgestellt. Die Färbung ist für 12 Std konstant. Bei der Analyse von Kalkstein, Ton, Silicaten und Stahlproben muß die Kieselsäure mit Fluß- und Schwefelsäure abgeraucht, danach der Rückstand im Platintiegel mit Soda aufgeschlossen und schließlich mit Salzsäure gelöst werden. Dann kann man wie angegeben weiter arbeiten. Einige Beleganalysen von Standardproben mit Gehalten von 0,03—0,9% Ti zeigten gute Übereinstimmung. Der Analysenfehler lag max. bei ± 2,0% des Sollwertes. H. Pohl.

Für die colorimetrische Wismutbestimmung haben J. Gupta und K. Prasad Sen Sarma[1] in der Diäthylverbindung des Dithiocarbamidohydrazins ($C_3H_5NH \cdot CS \cdot NHNH \cdot CS \cdot NH \cdot C_3H_5$), ein noch geeigneteres Reagens gefunden als Dithiocarbamidohydrazin[2]. Mit dem neuen Reagens geben Wismutsalze eine dunkelorange gefärbte Lösung, die den sehr beständigen und in Chloroform gut löslichen Komplex $Bi_2(C_8H_{12}N_4S_2)_3$ enthält. Mit Chloroform kann der Komplex ausgeschüttelt und dadurch angereichert werden. Man extrahiert Mengen von 0,02—1,2 mg Bi am besten im p_H-Bereich von 2,4—2,7 mit 20 ml $CHCl_3$. Die Farbtiefe folgt dem Beerschen Gesetz. — Blei-, Kupfer-, Quecksilber- und Kobaltsalze geben mit dem Reagens in neutraler oder schwachsaurer Lösung quantitative Fällungen, und zwar fällt Blei aus essigsaurem Medium mit einer Lösung des Reagenses in Aceton als hellgelbes $Pb(C_8H_{12}N_4S_2)$; Kupfer fällt aus essigsaurer Lösung mit einer 2%igen ammoniakalischen Lösung des Reagenses als schwarzer voluminöser Niederschlag von der Zusammensetzung $Cu(C_8H_{12}N_4S_2)$. Birgit Fresenius.

Die Bestimmung von kleinen Mengen Vanadin neben großen Mengen von Uran macht Schwierigkeiten, da das Uran durch seine Farbe die Erkennung des Endpunktes der Titration mit Permanganat erschwert. Zur Abhilfe schlägt S. H. Simonsen[3] vor, Vanadin nach Zusatz von Kupferron mit Chloroform auszuschütteln und dadurch von Uran zu trennen. — *Arbeitsweise.* Man versetzt die zu untersuchende Lösung mit 40 ml Schwefelsäure (1:1), verdünnt mit H_2O auf 100 ml und fügt zur Oxydation etwa vorliegender niedriger Wertigkeitsstufen des Vanadins 0,5%ige $KMnO_4$-Lösung bis zur bleibenden Rosafärbung zu. Dann versetzt man in einem 250 ml-Scheidetrichter mit 6%iger wäßriger Kupferronlösung im Überschuß und schüttelt mit 30 ml Chloroform gut aus. Nach Trennung vom Chloroformauszug wird die wäßrige Phase noch einmal ebenso behandelt; die beiden Chloroformextrakte werden miteinander vereinigt. Man gibt jetzt 10 ml Schwefelsäure (1:1) hinzu, vertreibt das Chloroform vorsichtig, zerstört das Kupferrat und das überschüssige Kupferron, indem man nach Hinzufügen von 20 ml konz. Salpeter-

[1] J. Indian chem. Soc. **28**, 89 (1951).

[2] Gupta, J., und B. Chakrabartty: J. Sci. a. Industr. Res. 8 B, 133 (1949); vgl. diese Z. **131**, 359 (1950).

[3] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **7**, 33 (1952). Univ. Austin, Tex. (USA).

säure und 3 ml 72%iger Perchlorsäure bis zum Auftreten von SO_3-Nebeln eindampft. Nach dem Abkühlen bringt man mit 50 ml Wasser unter Erwärmen alles in Lösung, versetzt mit 5 ml einer 0,1 n $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2$-Lösung, rührt 1 min, gibt 8 ml einer frisch bereiteten 15%igen Ammoniumpersulfatlösung hinzu und rührt weiterhin lebhaft, wobei die vollständige Oxydation des überschüssigen Fe^{II}-Ions durch Tüpfeln mit 0,1%iger $K_3[Fe(CN)_6]$-Lösung festgestellt wird. Unmittelbar darauf wird mit 0,02 n $KMnO_4$-Lösung wie üblich titriert, also bis die Farbe etwa 1 min bestehen bleibt.

In Lösungen, die neben 1 bzw. 5 g U_3O_8 1,02, 3,06 bzw. 5,10 mg V enthielten, wurden im Durchschnitt 1,01, 3,08 und 5,10 mg wiedergefunden. G. Denk.

Sämtliche Reaktionen auf Molybdat-Ion sollen nach F. Feigl[1] in sauren, Fluor-Ionen enthaltenden Lösungen infolge Bildung fluorierter Ionen der Molybdansäure unterbleiben. Bei Überprüfung der Versuche von Feigl kommen aber F. Bermejo-Martínez, A. Prieto-Bonza und J. Flores-de Ligondés[2] zu dem Ergebnis, daß der Molybdännachweis selbst in Anwesenheit der 1000fachen Menge von Fluoriden mit hinreichender Empfindlichkeit mit den folgenden Reagenzien gelingt: Kaliumhexacyanoferrat(II), Alkalixanthogenat, Rhodanid + Zinn(II)-chlorid. Die letzte Reaktion soll die empfindlichste sein. Fluorwasserstoffsäure beeinträchtigt die Nachweisreaktionen mehr als die Alkalifluoride dies tun. Irmgard Schweitzer.

Für die quantitative Bestimmung kleiner Mengen Fluor-Ion eignen sich nach H. H. Willard und Ch. A. Horton[3] zwei Reaktionen, die beide auf der Zersetzung *organischer Aluminiumkomplexverbindungen* durch Fluoride unter *Vernichtung der Fluorescenz* beruhen. Die Messungen erfolgten mit dem Klett-Fluorometer. 1. *Aluminium-Oxin-System.* Aluminiumoxinat kann aus wäßriger Phase mit Chloroform am besten bei p_H 4,7 ausgeschüttelt werden. Die Fluorescenz der organischen Lösung, die dem Beerschen Gesetz folgt, hat ein Intensitätsmaximum bei 520 bis 570 mμ. Sie wird am besten unter Verwendung von Corning 5850 als Primär- und Corning 3385 als Sekundärfilter gemessen. Die Gegenwart von Fluorid in der wäßrigen Phase vor der Chloroformextraktion führt einen Teil des Aluminiums in den Fluorkomplex über und vermindert so die als Oxinat mit Chloroform extrahierbare Menge. 0,5—20 μg Fluor können unter Verwendung von 1 Mikromol Aluminium bestimmt werden. — 2. *Aluminium-Morin-System.* Die Fluorescenz der nach der unten angegebenen Arbeitsvorschrift hergestellten Aluminium-Morinlösung folgt dem Beerschen Gesetz. Das Fluorescenzmaximum liegt bei 500 mμ. Die Messung erfolgt mit Corning 5850 als Primär- und Lumetron B-530 als Sekundärfilter. Alle Ionen, die mit Aluminium, Morin oder Fluorid reagieren, beeinträchtigen die Bestimmung. Sie werden durch Destillation nach H. H. Willard und O. B. Winter[4] abgetrennt. Man stellt dann den p_H-Wert der Lösung elektrometrisch auf 4 ein und bringt auf ein definiertes Volumen. Eine 20 μg Fluor enthaltende Flüssigkeitsmenge versetzt man in einem 100 ml-Meßkolben mit genau 60 ml Reagenslösung (siehe unten), mischt, füllt mit Wasser zur Marke auf, mißt die Fluorescenz nach 20 min und vergleicht mit gleichzeitig angesetzten Standardlösungen unter Berücksichtigung eines ebenfalls gleichzeitig ermittelten Blindwertes. In den Bereichen von 0,1—60 μg F betragen die Fehler 0,2—1 μg.

Folgende Fluorescenzreaktionen erwiesen sich als ungeeignet zur Fluorbestimmung: Aluminium-Pontachrome Blue-Black R, Zirkon-Oxin, Thorium-Oxin, Thorium-1-Amino-4-oxyanthrachinon, Bor-Benzoin. J. Eisenbrand.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **2**, 397 (1948).

[2] An. Real Soc. españ. Física Quím., Ser. B, **47**, 523 (1951). Fac. Ciencias, Santiago de Compostela.

[3] Analyt. Chemistry **24**, 862 (1952). Univ. of Michigan, Ann Arbor, Mich. (USA).

[4] Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **5**, 7 (1933); vgl. diese Z. **96**, 213 (1934).

Zur Bestimmung von Chlor und Brom in Gemischen von Alkalihalogeniden gibt R. Fort[1] eine indirekte Methode an. Man schlägt die Halogenide als Silbersalze nieder, wägt ihre Summe, löst die Ag-Salze in 10%iger Kaliumcyanidlösung und scheidet aus dieser Lösung das Silber kathodisch ab. Ist p das Gewicht der Silberhalogenide und q das des Elektrolytsilbers, so ergibt sich das Gewicht von Chlor zu $Cl = 1{,}3882\,q - 0{,}7974\,p$ und das von Brom zu $Br = 1{,}7973\,p - 2{,}3881\,q$. Nach dieser Methode erhält man nur dann befriedigende Ergebnisse, wenn man das Gewicht des Elektrolytsilbers um - 0,5 - 1 mg korrigiert. Die Korrektur ist im Platinverlust der Kathode während der Elektrolyse begründet. R. Lang.

Die potentiometrische Bestimmung von Bromiden mit Quecksilbersalzlösung gibt nach F. Sierra und O. Carpena[2] unter Verwendung einer Platinelektrode an Stelle der Quecksilberelektrode in neutralem und selbst in stark saurem (schwefel- oder salpetersaurem) Medium gute, mit der gravimetrischen Bestimmung übereinstimmende Werte[3]. Irmgard Schweitzer.

Ein ultraviolett-spektrophotometrisches Verfahren zur Kobaltbestimmung gründen G. Telep und D. F. Boltz[4] auf die Reaktion des Kobalts mit Wasserstoffperoxyd in Hydrogencarbonatlösung. Sie wurde bereits wiederholt zur jodometrischen[5] und auch zur colorimetrischen[6] Bestimmung des Kobalts vorgeschlagen. Die grüne Lösung des entstehenden Komplexes besitzt ein scharfes Absorptionsmaximum bei 260 mμ, bei welcher Wellenlänge das Beersche Gesetz im Bereich von 0—8 μg/ml Kobalt erfüllt ist. Bei 440 mμ existiert noch ein schwaches Absorptionsmaximum; das Beersche Gesetz gilt hier für die Konzentrationen 10 bis 50 μg/ml. Bei 75 μg Co/ml beginnt ein Niederschlag auszufallen. Die Konzentration der Natriumhydrogencarbonatlösung kann in weiten Grenzen (20—80%) verändert werden, ohne die Meßergebnisse zu beeinflussen. Dagegen muß die Wasserstoffperoxydzugabe zwischen 0,1 und 0,6 ml 3%iger Lösung in einem Volumen von 50 ml liegen; größere Zugaben vermindern die Meßwerte. Anorganische Anionen und die Kationen Li^+ und Mg^{++} stören nicht, die meisten sonstigen Metall-Ionen bewirken dagegen Fehler. Fe^{III}, Ti, Cr^{III}, Cr^{VI}, Cu, U, Mo, V beeinträchtigen die Bestimmung schon in sehr kleinen Mengen. Die Störungen könnten möglicherweise durch kompensierende Blindlösungen beseitigt werden. — *Ausführung.* Von der etwa 100 μg Co/ml enthaltenden, gegen Lackmus neutralen Lösung wird eine entsprechende Menge in einen 50 ml-Meßkolben pipettiert. Man fügt 25 ml gesättigter $NaHCO_3$-Lösung und genau 0,5 ml 3%iges Wasserstoffperoxyd zu, ergänzt mit der Hydrogencarbonatlösung zur Marke und mißt bei 260 mμ in einer 10 mm-Quarzküvette gegen einen Blindansatz. Die Eichkurve wird mit steigenden Mengen Kobalttestlösung (0—8 μg) unter den gleichen Bedingungen aufgestellt. H. Pohl.

Die spektrophotometrische Bestimmung von Palladium mit Bromid wird von G. H. Ayres und B. L. Tuffly[7] empfohlen. Die mit Bromwasserstoffsäure oder 50%iger NaBr-Lösung erhaltene orange bis rot gefärbte Palladiumlösung besitzt Absorptionsmaxima im Ultraviolett bei 330 mμ und im sichtbaren Bereich bei

[1] Chim. analytique **34**, 143 (1952). Lab. Chim. Tinctor., Conservat. Natio. Arts et Métiers, Paris.

[2] An. Real Soc. españ. Física Quím., Ser. B, **47**, 527 (1951). Fac. Ciencias de Murcia. Inst. „Alonso Barba" (Spanien).

[3] Die früheren Arbeiten der Verfasser über potentiometrische Halogenidbestimmungen an Platinelektroden vgl. diese Z. **133**, 449 (1951); **137**, 464 (1952/53).

[4] Analyt. Chemistry **24**, 945 (1952). Wayne Univ. Detroit, Mich. (USA).

[5] Vgl. diese Z. **136**, 215 (1952).

[6] Willard, H. H., und G. H. Ayres: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **12**, 287 (1940).

[7] Analyt. Chemistry **24**, 949 (1952). Univ. Austin, Texas (USA).

505 mμ. Das letzte Maximum wird zu den Messungen vorgezogen, da man ohne UV-Lichtquelle und ohne Quarzküvette auskommt und event. auch ein Filterphotometer an Stelle des Spektralphotometers anwenden kann. Das Beersche Gesetz ist bis zu der Konzentration von etwa 200 μg Pd je ml Lösung erfüllt. In 100 ml Lösung erhält man bei Änderung des Reagenszusatzes im Bereich von 1—25 ml 40%iger HBr-Lösung oder 50%iger NaBr-Lösung die gleichen Extinktionen. Gleichfalls ohne Einfluß auf das Meßergebnis sind Änderungen der Perchlorsäurekonzentration von 0,1 bis 8 m und der Temperatur von 20—30° C. Man arbeitet am günstigsten mit Palladiumkonzentrationen von 40–200 μg Pd je ml. Störend wirken Ru^{III}, Au^{III}, Rh^{III}, Cr^{VI}, Os^{IV}, Ir^{IV} schon in sehr kleinen Mengen, Pt^{IV}, Fe^{III}, Cu^{II}, Co, Ni, Cr^{III} in etwas größeren Konzentrationen. Die störenden Elemente müssen vor der Pd-Bestimmung abgetrennt werden. — *Aufstellung der Eichkurve.* Man löst 2 g Palladium-Metallpulver in Salpetersäure-Salzsäuremischung (3:1), verdampft bis fast zur Trockne, erhitzt nach Zusatz von Perchlorsäure zum Rauchen, wiederholt dieses Abrauchen mehrmals und verdünnt schließlich mit 5%iger Perchlorsäure auf 1 l. Die Lösung wird nach üblichen gravimetrischen Verfahren eingestellt. Durch Verdünnen dieser Stammlösung wird die Testlösung hergestellt. Steigende Mengen von ihr versetzt man mit einem Überschuß an Bromwasserstoffsäure (s. o.), verdünnt auf 100 ml und mißt bei 505 mμ gegen einen Blindansatz. — *Trennungen.* Zur Abtrennung des Palladiums wurden 3 Methoden geprüft: 1. Man fällt Palladium aus mit Salzsäure angesäuerter Lösung mit Dimethylglyoxim, löst den abfiltrierten und gewaschenen Niederschlag in Königswasser, raucht mit Perchlorsäure ab und verfährt weiter wie oben angegeben. In Gegenwart von Gold erhält man etwas zu niedrige Resultate. — 2. Man versetzt die Palladiumlösung mit 10 ml 6 n Salzsäure und 15 ml 0,2%iger Rubeanwasserstoffsäurelösung (in Eisessig), verdünnt mit Wasser auf 25 ml und bringt mit 6 n Natronlauge auf p_H 3,0. Der gelbe Niederschlag wird 30 min digeriert, filtriert, mit 0,001 m Salzsäure gewaschen und wie vorher beschrieben in Lösung gebracht. Unter diesen Bedingungen ergeben außer Pd nur Pt, Au, Fe, Cu und Cr^{III} Niederschläge, dagegen nicht Co, Ni und die anderen Platinmetalle. — 3. Die Palladiumlösung wird mit 20 ml 0,5%iger Phenylthiohamstofflösung und 25 ml 20%iger Ammoniumchloridlösung versetzt und mit 0,2 m Salzsäure auf 100 ml verdünnt. Diese Lösung wird mit 25 ml Amylacetat im Scheidetrichter kräftig geschüttelt, die wäßrige Schicht abgelassen und die organische Phase mit 25 ml 20%iger Ammoniumchloridlösung gewaschen. Der Palladium-Extrakt wird eingedampft und bei 150° C geröstet. Man fügt vorsichtig 6 m Salpetersäure zu, bis die heftige Reaktion beendet ist, versetzt mit Salzsäure und arbeitet weiter wie bei der Dimethylglyoximtrennung. 99,0–99,8% vom gesamten Palladium lassen sich so isolieren. Bei Gegenwart von Schwefelsäure kann man nur etwa 50% der gesamten Palladiummenge extrahieren. Von Fremdmetallen stört hier nur noch Gold. Es wird daher vorher aus salzsaurer Lösung mit Amylacetat extrahiert und in der wäßrigen Phase wird das Palladium in der beschriebenen Weise bestimmt. Die Trennung zwischen Gold und Palladium ist hierbei quantitativ. H. Pohl.

Für die Bestimmung des Iridiums auf dokimastischem Wege suchten R. R. Barefoot und F. E. Beamish[1] die günstigsten Bedingungen festzustellen, um eine Erhöhung der Genauigkeit und eine Beschleunigung der Arbeitsweise zu erreichen. Beim Erschmelzen des Iridiums mit basischen Zuschlägen (z. B. aus Kupfer- oder Nickelerzen) treten bedeutende Iridiumverluste auf, während mit neutralen oder sauren Flußmitteln eine befriedigende Ausbeute erzielt werden kann. Zum vollständigen Ausbringen des Iridiums ist im allgemeinen eine Wiederholung der Schmelze notwendig. Zur Entfernung des Bleis aus dem Blei-Iridiumregulus kann

[1] Analyt. Chemistry **24**, 840 (1952). Univ. Toronto, Ontario (Canada).

an Stelle von Salpetersäure auch Perchlorsäure dienen[1], doch ergeben sich dabei geringe Iridiumverluste. Für die Iridiumbestimmung in den Rückständen der Säurebehandlung werden zwei Methoden genau beschrieben, bei der einen erfolgt die Bestimmung nach bereits früher entwickelter Arbeitsweise[2], das andere kürzere Verfahren sieht eine wiederholte Behandlung mit Flußsäure-Schwefelsäure und schließliche Wägung als Metall vor. Bei der Kupellation der Iridium-Bleilegierung ergeben sich leicht ernste mechanische Verluste an Iridium, selbst wenn man einen großen Überschuß an Silber anwendet. H. Zellner.

III. Chemische Analyse organischer Stoffe.

2. Qualitative und quantitative Analyse.

Die Bestimmung kleiner Mengen von 1,2-Propylenglykol in Äthylenglykol führen W. A. Cannon und L. C. Jackson[3] nach einer von ihnen modifizierten Methode von B. Warshowsky und P. J. Elving[4] durch. Diese konnten nur 1 Teil Propylenglykol in 50 Teilen Äthylenglykol erfassen; das neue Verfahren erlaubt jedoch noch Bestimmungen von weniger als 1 Teil Propylenglykol in 500 Teilen Äthylenglykol. — Ein nicht mehr als 250 mg Glykole enthaltender aliquoter Anteil der wäßrigen Probelösung wird in einem 500 ml-Kjeldahl-Kolben auf 250 ml mit destilliertem Wasser gebracht, mit einigen Glasperlen und 4,5—5,0 ml 1,5 n Perjodsäure versetzt. Der Kolben wird sofort an das Destillationsgerät angeschlossen. Zur Absorption der gebildeten Aldehyde diente ein mit 25 ml Wasser beschicktes Reagensglas, das in einem Eiswasserbad gekühlt wird. Während der Destillation muß der Kühlervorstoß in das Absorptionswasser tauchen. Man destilliert 25 ml Lösung ab, senkt dann die Vorlage, so daß sich der Vorstoß über der Flüssigkeitsoberfläche befindet, spült ab und überträgt die Lösung in einen 250 ml-Meßkolben, der 25 ml einer Lösung enthält, die 1 n in bezug auf Lithiumacetat und 0,1 n in bezug auf Lithiumchlorid ist. Man füllt mit Wasser zur Marke auf und *polarographiert* bei 25 ± 0,1° C im Bereich —1,8 bis —2,2 Volt. Zur Messung der Stufenhöhe der Aldehyde wird die Extrapoliermethode von I. M. Kolthoff und J. J. Lingane[5] zweckmäßig angewandt. Die Eichkurve gewinnt man aus Lösungen von bekanntem 1, 2-Propylenglykolgehalt (0,5—3,5 mg 250 ml). Die Stufenhöhe des Acetaldehyds gegen die Propylenglykolkonzentration in Milligramm aufgetragen, führt zu einer Geraden. Der maximale Fehler der Bestimmung beträgt im angegebenen Konzentrationsbereich ± 0,2 mg. H. Freytag.

Für die Bestimmung von Acetylenverbindungen in Butadien und anderen C_4-Kohlenwasserstoffen geben R. F. Robey, B. E. Hudson jr. und H. K. Wise[6] ein einfaches und empfindliches Verfahren an. Man fällt die Acetylene mit alkoholischer Silbernitratlösung als Silberacetylide und titriert die freigewordene Salpetersäure, die ein Maß für die Gesamtmenge der vorhandenen Acetylene bildet. Einem Mol Acetylenverbindung entspricht 1 Mol Salpetersäure. Zur weiteren Unter-

[1] Vgl. dazu die entsprechende Rhodium-Bleianalyse nach W. F. Allen und F. E. Beamish: Analyt. Chemistry **22**, 451 (1950); vgl. diese Z. **132**, 62 (1951).

[2] Barefoot, R. R., W. J. McDonnell und F. E. Beamish: Analyt. Chemistry **23**, 514 (1951); vgl. diese Z. **136**, 216 (1952).

[3] Analyt. Chemistry **24**, 1053 (1952). Wyandotte Chemicals Corp., Wyandotte, Mich. (USA).

[4] Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **18**, 253 (1946).

[5] „Polarography", S. 57. New York, Intersci. Publ. 1941.

[6] Analyt. Chemistry **24**, 1080 (1952). Esso Laboratories, Linden, N. J. (USA).

suchung kann man die Acetylene durch Behandeln des Silberniederschlages mit wäßriger KBr-Lösung in konzentrierter Form freimachen und in Gegenwart von $HgCl_2$ als Katalysator bromieren. 1 Mol Vinylacetylen verbraucht 2 Mole Brom, 1 Mol Äthylacetylen nur 1 Mol Brom. Die beiden Acetylene können nach dem beschriebenen Verfahren in Gehalten bis zu 0,02% herunter in Gemischen mit C_4-Kohlenwasserstoffen quantitativ erfaßt werden. Flüchtige Mercaptane (Thiole), Amine und andere flüchtige Verbindungen, die mit Silbernitrat unter Bildung von Salpetersäure reagieren oder die Salpetersäure verbrauchen, müssen vor der Bestimmung entfernt werden. Dimethylacetylen, Butadiene, Butene und Butane stören nicht. — *Ausführung.* In das größere der beiden Reagensgläser (Abb. 1) bringt man 65 ml, in das kleinere 15 ml Silbernitratlösung (2 g $AgNO_3$ in 1,5 ml H_2O gelöst, mit Methanol auf 80 ml ergänzt) und fügt zu der ersten Lösung 4 bis 5 Tropfen, zu der zweiten 2 Tr. Mischindicator (0,1 g Methylrot, 0,05 g Methylenblau, 100 ml 95%iges Äthanol). Hinter einer Schutzscheibe läßt man langsam soviel von der Gasprobe, als 0,025—0,05 g der Acetylene entspricht, durch die Absorptionsgläser treten. Flüssige Proben werden in dem Kolben vergast. Während der Operation hält man die Lösung in dem ersten Absorptionsgefäß durch Zulaufen von 0,05 n methanolischer NaOH-Lösung aus der Bürette so, daß sie ständig die Umschlagsfarbe des Indicators auf der sauren Seite zeigt. Der Laugeverbrauch soll 10—20 ml (nicht mehr) betragen. Aus dem Verbrauch berechnet man die Mol-Prozente der Acetylene unter der Annahme eines mittleren Molekulargewichtes. In dem zweiten Absorptionsgefäß darf kein Niederschlag entstehen. Zur bromometrischen Bestimmung versetzt man die trübe Flüssigkeit unter Rühren mit 5 ml 27%iger Na_2SO_4-Lösung, sammelt das Gemisch von Silberacetyliden und Ag_2SO_4 in einem Filtertiegel auf einer Filterpapierscheibe, wäscht mit wenig Methanol und bringt den Niederschlag dann in eine Hahntrichterflasche (Guillard-Flasche). Zur Entfernung von Kohlenwasserstoffresten evakuiert man dreimal hintereinander und läßt jedesmal Luft einströmen. Nachdem man neuerdings auf etwa 140 mm evakuiert hat, läßt man 50 ml gesättigter KBr-Lösung zufließen, schüttelt 10—15 min, fügt dann 10 ml Pufferlösung (50 g Natriumacetat, 100 ml Eisessig, mit Wasser auf 200 ml ergänzt) und 50 ml Bromlösung (2,5 ml Brom + 15 g $HgCl_2$ in 1 Liter gesättigter KBr-Lösung) zu, schüttelt 10 min und läßt schließlich 15 ml 20%ige KJ-Lösung eintreten. Hierauf wird der Hahnstopfen geöffnet und das freigewordene Jod mit 0,1 n $Na_2S_2O_3$-Lösung titriert. Ein Blindversuch wird parallel angesetzt. W. Gottwald.

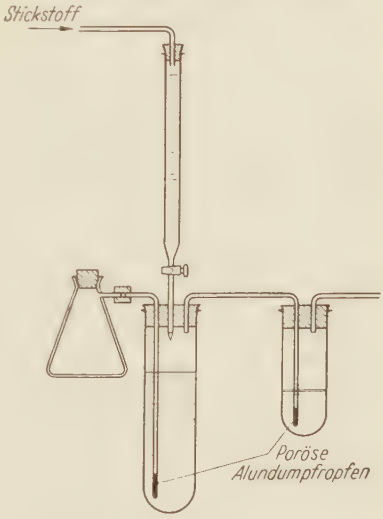

Abb. 1. Apparat zur Fällung und Bestimmung von α-Acetylenen als Silberacetylide.

Zur photometrischen Bestimmung von cis-Aconitsäure empfiehlt Sh. R. Dickman[1] ein Verfahren, das auf der Reaktion der Äthylengruppe mit Permanganat in verdünnter metaphosphorsaurer Lösung beruht. Die Abnahme der Permanganat-

[1] Analyt. Chemistry **24**, 1064 (1952). Univ. Utah, Salt Lake City, Utah (USA).

färbung wird spektrophotometrisch gemessen. — *Ausführung.* Einen aliquoten Anteil einer Stammlösung entsprechend 0,05—0,2 Mikromolen Aconitsäure versetzt man in einer 10 × 75 mm-Küvette mit 0,1 ml einer 10%igen Metaphosphorsäurelösung (die bei 4° C aufbewahrt wird, aber alle paar Tage frisch zu bereiten ist). Ist die Lösung alkalisch oder oberhalb p_H 3 gepuffert, so fügt man mehr Metaphosphorsäure zu und verdünnt auf insgesamt 0,5 ml. Hierauf vermischt man mit 1 ml 0,004 n Kaliumpermanganatlösung und läßt 20—50 min stehen. Die Absorption wird gegen destilliertes Wasser bei 530 mμ gemessen. Die ihr entsprechende Menge wird aus einer Eichkurve abgelesen. — Eine Entfärbung des Permanganatüberschusses im Verlauf von 20 min durch Mengen von einem Mikromol α-Ketoglutarsäure, Äpfelsäure, Weinsäure, Oxybernsteinsäure, Brenztraubensäure, Citronensäure, Isocitronensäure (α-Oxytricarballylsäure), Malonsäure, Oxalsäure, Fructose und Glucose findet nicht statt. Ascorbinsäure und Oxalessigsäure entfärben in gleicher Menge rasch Permanganat und stören daher. Während 100 Mikromole Glucose noch nicht oxydiert werden, wirken schon 10 Mikromole Oxalsäure reduzierend auf Permanganat. Enthält eine Aconitsäurelösung Proteine, so fällt man diese mit Metaphosphorsäure (Endkonzentration 3%) aus und verfährt wie beschrieben mit dem Zentrifugat. H. Freytag.

Der Eisen(III)-chloridtest auf Phenole wurde von S. Soloway und S. H. Wilen[1] verbessert und systematisch geprüft. Das Wesen des neuen Nachweisverfahrens besteht in der Verwendung organischer Lösungsmittel und geringer Mengen von Pyridin als Mittel zum Alkalisieren. — *Eisen(III)-chloridlösungen.* Zur Anwendung kommen filtrierte Lösungen von 10 g wasserfreiem $FeCl_3$ in 200 ml Wasser oder in 200 ml 99,9%igem Methanol, oder eine Lösung von 1,5 g $FeCl_3$ in 100 ml Diäthylenglykoldiäthyläther oder schließlich eine Lösung von 1 g $FeCl_3$ in 100 ml Chloroform, der 8 ml Pyridin zugefügt werden. — *Zur Ausführung des Nachweises* löst oder suspendiert man etwa 30 mg der festen oder 1 Tropfen der flüssigen Substanz in 1 ml jedes der vier Lösungsmittel: Wasser, Methanol, Chloroform und Diäthylenglykoldiäthyläther. Man fügt wenigstens 2 Tropfen einer filtrierten Lösung von Eisen(III)-chlorid in dem betreffenden Lösungsmittel zu. Zu den wäßrigen oder methanolischen Lösungen bzw. Suspensionen gibt man außerdem einen oder mehrere Tropfen einer wäßrigen 0,5 m $NaHCO_3$-Lösung zu. In den methanolischen Lösungen kann statt $NaHCO_3$ auch Pyridin angewendet werden. Bei Verwendung von Diäthylenglykoldiäthyläther als Lösungsmittel ist es besser, einen oder mehrere Tropfen eines Gemisches von 75 ml dieses Lösungsmittels mit 25 ml Pyridin zuzufügen. 78 verschiedene Phenole wurden auf ihr Verhalten gegen die verschiedenen Reagenslösungen geprüft, dazu einige Enole, Oxime und Thiole. Einzelheiten sind dem Original zu entnehmen. H. Freytag.

IV. Spezielle analytische Methoden.

1. Auf Lebensmittel und Gesundheitspflege bezügliche.

Zur Mikrobestimmung von Aldosen hat G. Gorbach[2] das Verfahren von Willstätter-Schudel in folgender Weise modifiziert: Mit der Auswaschpipette nach Pregl werden 0,1 ml der zu untersuchenden Lösung in ein Schliffspitzröhrchen übergeführt. Nach dem Ausblasen wird die Pipette dreimal mit wenigen Tröpfchen Wasser nachgewaschen. Dazu gibt man aus der Mikromembranbürette genau 200 μl 0,1 n Kaliumjodid-Jodatlösung und säuert mit 0,2 ml 0,1 n Schwefelsäure an.

[1] Analyt. Chemistry **24**, 979 (1952). Coll. of the City of New York, N. Y.

[2] Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **95**, 165 (1952). Techn. Hochschule Graz.

Mit wenigen Wassertröpfchen spült man an den Wänden haftende Jodlösung ab. Nach Zugabe von 300 μl 0,1 n Natronlauge aus der Capillarpipette verschließt man das Spitzröhrchen und läßt es 15 min im Dunkeln stehen. Darauf wird nach Ansäuern mit 2 Tropfen 2 n Schwefelsäure das überschüssige Jod mit 0,1 n Thiosulfatlösung zurücktitriert. Um Jodverluste zu vermeiden, empfiehlt es sich, schon vor dem Ansäuern die Hauptmenge des vermutlichen Verbrauchs an Thiosulfatlösung zufließen zu lassen und dann nach Ansäuern zu Ende zu titrieren. Die letzten μl und 0,1 μl werden von der Bürettenspitze mit dem Schliffstopfen des Spitzröhrchens abgenommen und unter Schütteln in die Probe eingebracht. Bei jeder Bestimmung ist eine Blindprobe mitlaufen zu lassen. Die Genauigkeit der Methode wird mit 3% angegeben. L. Acker.

Zur Bestimmung der Lactose in Milch verfahren G. Gorbach und P. Schäfer[1] in der gleichen Weise wie bei der Bestimmung der Aldosen (siehe vorstehendes Referat): Zur Fällung der Eiweißkörper und zur Klärung geben die Verf. nach ihren Erfahrungen der Methode von Carrez den Vorzug. Danach werden 10 ml Milch in einem 100 ml-Meßkolben mit Wasser auf etwa 50 ml verdünnt, mit 2 ml 15%iger Kaliumferrocyanidlösung und 2 ml 30%iger Zinksulfatlösung versetzt und gut durchgeschüttelt. Nach Neutralisation mit Natronlauge (gegen Phenolphthalein) wird aufgefüllt und filtriert. Das Volumen des Unlöslichen wird nicht berücksichtigt, da der Fehler durch Adsorption von Lactose die durch das Unlösliche hervorgerufene Verringerung des Volumens aufhebt. Bei frischen Milchen werden gute Werte erhalten, bei sauren Milchen liegen sie jedoch etwas zu hoch. L. Acker.

Der Nachweis von Stechapfelsamen in Buchweizenmehl kann nach R. Strohecker und H. Müller[2] chemisch und mikroskopisch geführt werden. Der chemische Nachweis benutzt die Atropinreaktion von Wasicki[3]. — *Herstellung des Reagenses.* Man trägt 2 g Dimethylaminobenzaldehyd in 6 g reine konzentrierte Schwefelsäure ein und bewahrt nach Zusatz von 0,4 ml Wasser im Eisschrank auf. (Haltbarkeit nicht länger als 2 Wochen.) — *Ausführung des Nachweises.* 150 g Buchweizenmehl werden mit etwas Seesand und einer Spatelspitze Weinsäure gemischt und im Soxhlet-Apparat 16 Std mit 90%igem Alkohol extrahiert. Nach dem Abdampfen des Alkohols wird der Rückstand mit Wasser verdünnt, durch ein feuchtes Filter filtriert und mit Petroläther ausgeschüttelt. Durch Natriumhydrogencarbonat wird das Alkaloid aus der sauren Lösung in Freiheit gesetzt und mit Chloroform extrahiert. In einer Porzellanschale wird der Abdampfrückstand der Chloroformlösung mit 0,5—1,0 ml Reagens versetzt und 1½ min auf dem siedenden Wasserbad gehalten. Bei Gegenwart von Atropin tritt sofort eine rotbraune Färbung auf, die nach kirschviolett überwechselt und sehr beständig ist. Die Methode gestattet noch 0,5% Stechapfelsamen in Buchweizenmehl nachzuweisen. J. Koch.

Die neue Methode zur Aschenbestimmung in Brot von R. Intonti und D. Renzi[4] berücksichtigt die Feststellungen von A. Cutolo[5] sowie von B. F. Lutter und G. Bot[6], daß das Kaliumdihydrogenphosphat in der Asche mit dem Natriumchlorid

[1] Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **95**, 168 (1952). Techn. Hochschule Graz.

[2] Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **95**, 17 (1952). Lebensmitteluntersuchungsamt Gelsenkirchen.

[3] Der mikroskopische Nachweis beruht auf der charakteristischen Beschaffenheit der Oberhautzellen des Stechapfelsamens (Abb. im Original).

[4] Ann. Chim. applicata **39**, 331 (1949). Ist. Super. di Sanità, Rom.

[5] Boll. Soc. Naturalisti Napoli, Atti **26**, 69 (1914).

[6] Cereal Chem. **24**, 485 (1947).

unter Abspaltung von Chlorwasserstoff reagiert. — In einen 400 ml-Kolben wägt man 2—3 g trocknes und fein gemahlenes Brot ein, fügt nicht weniger als 100 ml Wasser, 5 ml konzentrierte Salpetersäure und einen Überschuß an 0,1 n Silbernitratlösung zu. Man erwärmt langsam und erhält unter häufigem Schütteln nicht länger als 10 min in leichtem Sieden. Nach dem Auskühlen verdünnt man zur Abschwächung der Gelbfärbung und titriert mit Thiocyanatlösung den Silbernitratüberschuß zurück. Eine gesonderte Einwaage von 5 g trocknem und gemahlenem Brot wird im Pt-Tiegel über kleiner Flamme verkohlt und 6 Std bei 550—600° C in der Muffel belassen. Man wägt erneut und nimmt die Asche mit Wasser auf, das mit Salpetersäure angesäuert ist. Die Lösung überträgt man in einen 300 ml-Kolben, versetzt mit einem Silbernitratüberschuß, erwärmt unter Schütteln einige Minuten und titriert mit 0,1 n Thiocyanatlösung nach dem Auskühlen zurück. Der so ermittelte Chlorgehalt wird von dem direkt im Brotmehl bestimmten abgezogen. Man erhält die beim Veraschen verloren gegangene Chlormenge, die zum Aschengewicht addiert wird. Von dieser Summe wird der NaCl-Gehalt des Brotes abgezogen, um die an NaCl freie Asche zu erhalten. Bei der Umsetzung von Phosphorpentoxyd und Natriumchlorid tritt ein Grammatom Sauerstoff ein. Um diesem Umstand Rechnung zu tragen, zieht man vom prozentualen Aschengehalt das Produkt aus dem bei der Veraschung von 5 g Brot verlorenen Chlorgehalt und dem Faktor 2,24 ab. H. Freytag.

Ein Trennungsgang zum Nachweis von 12 Teerfarbstoffen und Annatto in Fetten wird von H. Thaler und R. Scheler[1] bekanntgegeben. Das in Petroläther gelöste Fett wird nach H. Thaler und R. Scheler[2] auf Aluminiumoxyd (stand. nach Brockmann) chromatographiert, wobei nur Annatto (Bixin), Martiusgelb, Chrysoidin R und Sudan G adsorbiert werden, während alle anderen Farbstoffe nicht oder nur leicht haften und sich mit Petroläther eluieren lassen. Die adsorbierten Farbstoffe müssen, da sie keine scharf getrennten Zonen bilden, mit Alkohol eluiert werden. Bixin läßt sich als einziger Farbstoff nicht mehr eluieren. Martiusgelb, Chrysoidin R und Sudan G können durch Adsorption an Magnesiumoxyd getrennt und erkannt werden. — Die Petrolätherlösung des 1. Chromatogramms wird zur Trockne gebracht, in Benzol aufgenommen und auf Floridin XXF (s. H. Thaler u. R. Scheler[2]) chromatographiert, wobei nur Buttergelb adsorbiert wird. Zur weiteren Trennung muß das in Benzol gelöste Fett verseift werden. Aus der wäßrigen Lösung des unverseifbaren Anteils sind die restlichen Farbstoffe mit Petroläther auszuschütteln und an Aluminiumoxyd zu chromatographieren. Es bilden sich 3 Zonen, die folgende Farbstoffe enthalten: *Rote Zone*: Sudan R, Fettponceau, darunter *gelbe Zone*: Sudangelb, Oil Yellow AB und OB., darunter *orangerote Zone*: Ceresorange R, Orange SS, Oil RED XO. — Die rote Zone kann durch Eluieren mit Alkohol, Aufnehmen mit Petroläther und Chromatographieren an Magnesiumoxyd getrennt werden. Aus der gelben Zone läßt sich nur das Sudangelb nach Eluieren mit Benzol und Adsorption an Magnesiumoxyd trennen, während die beiden anderen Teerfarbstoffe, ebenso wie die 3 Komponenten der orangeroten Zone, nur durch Papierchromatographie zu bestimmen sind. (Papier: Schleicher und Schüll Nr. 2043 oder 1102, Entwickler: 80 vol%iger Methylalkohol.) J. Koch.

Zur Bestimmung des Kaliumgehaltes der Milch empfehlen R. Schober und A. Fricker[3] die *Tetraphenyloboratmethode* von P. Raff und W. Brotz[4], die bedeutend

[1] Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **95**, 1 (1952). Deutsche Forschungsanst. f. Lebensmittelchem., München.

[2] Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **93**, 220, 286 (1951); vgl. diese Z. **136**, 67 (1952).

[3] Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **95**, 107 (1952). Staatl. Milchwirtschaftl. Lehr- u. Forschungsanst., Wangen, Allgäu.

[4] Diese Z. **133**, 241 (1951).

einfacher auszuführen ist als die übliche Perchloratmethode. Es werden 2 Arbeitsweisen angegeben: 1. *Trockene Veraschung.* 10 ml Milch werden in einer Pt-Schale zur Trockne gebracht und 1 Std bei 400° C (± 10°) im Muffelofen verascht. Die Asche wird mit schwach salzsäurehaltigem Wasser ausgezogen und Filter nebst Rückstand werden 1 Std bei 600° C geglüht. Den Rückstand löst man wie vorher, vereinigt beide Filtrate, alkalisiert sie mit kaliumfreier Soda und erwärmt auf 60° C. Unbeschadet eines entstehenden Niederschlages gibt man 10 ml einer 2%igen wäßrigen Lösung von Tetraphenylbornatrium zu und säuert mit 10%iger Essigsäure an. Nach dem Abkühlen wird der Niederschlag durch einen A2-Filtertiegel filtriert, $^1/_2$ Std bei 120° C getrocknet und gewogen. — 2. *Nasse Veraschung.* 10 ml Milch werden mit 5 ml KJELDAHL-Schwefelsäure im 250 ml-KJELDAHL-Kolben bis zum Spritzen verascht. Nach dem Abkühlen wird mit 10 ml Perhydrol versetzt und hierauf bis zum Auftreten der SO_3-Dämpfe erhitzt. Man läßt abkühlen und wiederholt die Behandlung (2—3mal) bis die Lösung auch bei längerem Erhitzen klar bleibt. In einer Porzellanschale raucht man den Kolbeninhalt bis auf geringe Schwefelsäurereste ab, verdünnt mit Wasser, alkalisiert mit Soda und vertreibt das Ammoniak durch 20 min langes Kochen. Die Fällung erfolgt wie unter 1. beschrieben. J. KOCH.

Über den chemischen Nachweis beginnender Zersetzung bei Fleisch und Fleischwaren, die durch Auftreten von Ammoniak, Schwefelwasserstoff, Mercaptanen, Thioäthern, Aminosäuren, Oxysäuren, Ptomainen, Indol, Skatol u. a. gekennzeichnet ist, berichtet H. SERGER[1] eingehend. Als einfache Vorprüfungen werden die Nachweise von Ammoniak nach EBER mit alkoholisch-ätherischer Salzsäure und von Schwefelwasserstoff mit Bleiacetatpapier aufgeführt. - Der typische Isonitrilgeruch tritt bei Fleisch beginnender Zersetzung auf, wenn solches im Reagensglas mit 1—2 ml alkoholischer, konzentrierter Kalilauge erhitzt, mit 3 bis 4 Tropfen Chloroform versetzt und die Riechprobe nach Entleeren des Reagensglases angestellt wird. — Auf reduzierende Bakterien wird nach dem Nitratverfahren geprüft, indem Fleisch mit einer Nitratlösung 6 Std bei 37° C bebrütet und dann auf Nitrat geprüft wird; bei negativer Reaktion ist das Untersuchungsmaterial verdorben. — Nach dem Methylenblauverfahren wird die wäßrige Fleischaufschwemmung mit 1 ml Methylenblaulösung im Wasserbad auf 45° C erwärmt; eine Entfärbung nach 1 Std beweist das Verdorbensein. — Das Verfahren von J. TILLMANNS, P. HIRSCH und A. KUHN[2], die flüchtigen Säuren bzw. Fettsäuren in Fleisch zu bestimmen und ihre Menge zum Nachweis einer Zersetzung zu bewerten, wird wiedergegeben, ebenso das Verfahren von R. STROHECKER, R. VAUBEL und H. KIRCHBERG[3], die „Oxydationszahl" von Fleisch zu bestimmen. — Flüchtige Schwefelverbindungen werden einschließlich der Mercaptane nach SALKOWSKI[4] mit 3%iger Quecksilbercyanid- und Bleiacetatlösung nachgewiesen. — Die Ranzigkeit der Fettbestandteile wird mit Hämoglobin- und alkoholischer Guajakollösung an der auftretenden Blaufärbung erkannt, im übrigen durch die Verderbnisreaktion mit Phloroglucin-Salzsäure nach KREIS-TÄUFEL[5] (Epihydrinaldehyd) und die

[1] Pharmaz. Zentralhalle Deutschland **91**, 143 (1952). Konserven-Versuchsstation u. Konserven-Technikum, Braunschweig.

[2] Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **53**, 44 (1927); vgl. diese Z. **110**, 1 (1937).

[3] Diese Z. **110**, 1 (1937).

[4] „Praktikum der physikalischen und pathologischen Chemie", Berlin 1900.

[5] KREIS, H.: Chemiker-Ztg. **26**, 897, 1014 (1903); vgl. diese Z. **44**, 237 (1905); TÄUFEL, K., P. SADLER u. F. K. RUSSOW: Angew. Chem. **44**, 873 (1931); vgl. diese Z. **89**, 381 (1932).

Salicylaldehydreaktion nach TÄUFEL-THALER[1] (Methylketone) gesichert. — Schließlich wird noch auf die Prüfung nach K. BÜRGER[2] mit Ranzol hingewiesen.

O. REICHARD.

2. Auf Handel, Industrie und Landwirtschaft bezügliche Methoden.

Wasseranalyse. *Über* p_H*-Messungen in der Wasseranalyse auf elektrometrischer Grundlage mit dem* p_H*-Automaten nach Prof. Dr.* SCHWABE des Forschungsinstitutes für die Chemische Technologie, Meinsberg/Sa., berichtet in 2 vorläufigen Mitteilungen E. MÖHLAU[3]. Der mit einer Glaselektrode nach HABER ausgestattete Apparat liegt jetzt in 2 Ausführungen vor: in einer mit einer Flachelektrode, in der die Bezugspufferlösung mittels einer durch ein Kontaktthermometer automatisch gesteuerten Widerstandsheizung zur p_H-Messung auf 40° C gebracht wird, und in einer neuen mit einer unbeheizten Kugelelektrode zur elektrometrischen p_H-Messung bei Zimmertemperatur. Den bei der Untersuchung von 50 Wasserproben mittels des Apparates der ersten Ausführung aufgefundenen p_H-Werten werden in einer tabellarischen Übersicht die nach TILLMANS und OLSZEWSKI[4] jeweils aus dem Verhältnis der freien zur gebundenen Kohlensäure berechneten gegenübergestellt. eine weitere Tabelle ermöglicht einen Vergleich der bei 30 Paralleluntersuchungen mittels der 2 Automaten verschiedener Ausführung festgestellten p_H-Werte untereinander. Wie aus den Tabellen hervorgeht, war eine Erfassung der p_H-Werte innerhalb der erwünschten Fehlergrenze von 0,05—0,1 p_H-Einheiten nicht zu erzielen; die Abweichungen betragen vielmehr im Durchschnitt etwa $\pm$ 0,2 p_H-Einheiten. Die beheizte Flachelektrode ist der schneller arbeitenden unbeheizten Kugelelektrode infolge der stets gleichen Meßtemperatur und eines geringeren Bedarfes an Meßlösung vorzuziehen.

Für die Bestimmung der Wasserhärte empfehlen H. FLASCHKA und H. LACKNER[5] die bekannte Titrationsmethode mit *Komplexon* III-(Äthylendiamintetraacetat-) Lösung. Die Maßlösung wird zweckmäßig so hergestellt, daß bei 5 ml vorgelegtem Wasser 1 ml verbrauchter Maßlösung 1 deutschem Härtegrad entspricht. Man löst also 0,3318 g Komplexon III zusammen mit 0,05—0,1 g Magnesiumkomplexonat in Wasser zu 1 l. Die Pufferlösung enthält in 100 ml 35 ml 25%iges Ammoniak, 5,4 g NH_4Cl und einige Kriställchen Natriumsulfid. Der letzte Zusatz dient dazu, Titrationsstörungen durch etwa vorhandene Schwermetallspuren zu vermeiden. — *Bestimmung.* Man versetzt 5 ml des zu untersuchenden Wassers mit 8—10 Tropfen Pufferlösung und so viel Eriochromschwarz T-Pulver (1:500 mit NaCl vermischt)[6], daß eine kräftige Rotfärbung entsteht. Dann erwärmt man auf 50—60° C und titriert bis zum Umschlag von Rotviolett nach reinem Blau. — Das Verfahren gibt mit gravimetrischen Ca- und Mg-Bestimmungen sowie mit Härtebestimmungen nach WARTHA-PFEIFER übereinstimmende Werte. A. HERRMANN.

---

[1] TÄUFEL, K., u. H. THALER: Chemiker-Ztg. **56**, 265 (1932); SCHMALFUSS, H., u. Mitarb.: Margarine-Ind. **25**, 1, 215, 242 (1932); vgl. diese Z. **95**, 290 (1933).

[2] Dtsch. med. Wschr. **1948**, 353.

[3] Pharmaz. Zentralhalle Deutschland **91**, 1, 41 (1952). Hygienische Untersuchungsanstalten, Dresden N 6.

[4] Vgl. KLUT-OLSZEWSKI: „Untersuchung des Wassers an Ort und Stelle", 9. Aufl., Springer-Verlag, Berlin 1945.

[5] Fette und Seifen **54**, 26 (1952). Lack- u. Farbenw. A. Zankl Söhne, Graz-Gösting.

[6] H. FLASCHKA und W. SCHÖNIGER: diese Z. **133**, 321 (1951).

Zur Bestimmung des Chlorbindungsvermögens und der Chlorzehrung in Trink-, Brauch- und Abwässern liefert E. Möhlau[1] einen Beitrag. Das Chlorbindungsvermögen (Milligramm Liter bzw. Gramm Kubikmeter) wird als diejenige Menge an aktivem Chlor bezeichnet, deren Zusatz nicht keimtötend zu wirken vermag, da es von im Wasser befindlichen Substanzen gebunden wird. Bei der Chlorzehrung handelt es sich um den Überschuß an aktivem Chlor, der während der Einwirkungszeit von dem betreffenden Wasser unter gleichzeitiger Keimabtötung nicht verbraucht wird und als Restchlormenge verbleibt. Die beiden Größen stellen eine wichtige Grundlage für die Bemessung des Zusatzes an Aktivchlor dar. Der Verf. beschreibt Bestimmungsmethoden für den Fall, daß Chloramin als Chlorierungsmittel dienen soll. Unter den folgenden Arbeitsbedingungen liegt die Empfindlichkeitsgrenze für freies Chlor mit KJ und Stärkelösung bei etwa 1 mg Liter, mit o-Tolidin bei etwa 0,1 mg/Liter. — *Chloraminlösung*: Man löst 5 g Rohchloramin in 1 Liter destilliertem Wasser. Zur Bestimmung des Gehaltes an Aktivchlor versetzt man 10 ml der schwach phenolphthaleinalkalischen Chloraminlösung mit 2 ml 10%iger KJ-Lösung und 2 ml 1%iger Stärkelösung und titriert mit 0,01 n $Na_2S_2O_3$-Lösung. 1 ml 0,01 n Thiosulfatlösung entspricht 0,355 mg freiem Chlor. *o-Tolidinlösung*: 450 ml destilliertes Wasser werden aufgekocht, mit 50 ml 36%iger Salzsäure und 0,5 g o-Tolidin versetzt. Nach abermaligem Aufkochen läßt man abkühlen und verdünnt auf 500 ml. — *Bestimmung des Chlorbindungsvermögens*: Man setzt 2 Verdünnungsreihen in gleichdimensionierten Reagensgläsern an, und zwar so, daß man einerseits zu je 10 ml der Wasserprobe steigende Mengen der eingestellten Chloraminlösung (0,1, 0,2 ml usw.) hinzu pipettiert, andererseits je 10 ml Wasser steigende Mengen einer mit destilliertem Wasser 1:10 verdünnten Chloraminlösung zusetzt. Nach Umschütteln der Proben läßt man 10 min im Dunkeln stehen. Bei der ersten Versuchsreihe setzt man jedem Reagensglas 0,2 ml 10%ige KJ-Lösung und 0,2 ml 1%ige Stärkelösung unter jeweiligem Umschütteln zu und beobachtet nach 10 min, welches Glas noch farblos ist und welches Glas erstmalig Blaufärbung erkennen läßt. Die farblose Probe vor dem Glas mit erstmaliger Blaufärbung entspricht dem Chlorverbrauch der angewandten Wassermenge. Bei der mit verdünnter Chloraminlösung angesetzten Versuchsreihe werden jedem Reagensglas 0,1 ml o-Tolidinreagens zugesetzt, nach Umschütteln werden die Proben 10 min lang vor Licht geschützt aufbewahrt. Dann beobachtet man, welche Probe farblos und welche anschließende noch eine Gelbfärbung aufweist. — *Bestimmung der Chlorzehrung*: 100 ml der zu untersuchenden Wasserprobe (bei erheblicher Chlorzehrung entsprechend weniger) werden mit 10 ml der unverdünnten Chloraminlösung versetzt und nach Umschütteln 10 min im Dunkeln aufbewahrt. Nach Zusatz von 2 ml 10%iger KJ-Lösung und 2 ml 1%iger Stärkelösung wird der verbliebene Chlorüberschuß mit 0,01 n Thiosulfatlösung zurücktitriert. Bezeichnet man mit a den Verbrauch an 0,01 n $Na_2S_2O_3$-Lösung für 10 ml Chloraminlösung (Einstellungswert) und mit b den Verbrauch an 0,01 n Lösung bei der Rücktitration des Untersuchungswassers, so gilt (bei Anwendung von 100 ml Untersuchungswasser)

$$Chl \cdot Z \cdot (\text{mg/Liter}) = (a - b) \times 3{,}55.$$

H. Schmidt.

Zur Bestimmung der flüchtigen Phenole in Abwasser haben G. Gorbach und K. Rohner[2] die bekannte Makromethode, die auf der Reaktion der Phenole mit Brom zu Tribromphenolen beruht, zu einer Mikromethode umgestaltet. Dabei

[1] Pharmaz. Zentralhalle Deutschland **91**, 148 (1952). Hyg. Unters.-Anst., Dresden.

[2] Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta (Wien) **39**, 299 (1952). Techn. Hochschule, Graz.

ergab sich als Hauptvorteil eine erhebliche Verminderung des Zeitbedarfs, weil man nicht wie bei der Makromethode 1 Liter Wasser mit NaOH auf 250 ml einengen und davon nach Wiederansäuern 200 ml überdestillieren muß und außerdem die Substitutionsreaktion die Tribromstufe statt in 60 min bei der angewandten niedrigeren Phenolkonzentration schon in 15—20 min erreicht. — *Ausführung.* Da man nur dann richtige Ergebnisse erhält, wenn man auf die Phenole etwa 3mal soviel Brom einwirken läßt, wie verbraucht wird, so ermittelt man von dem zu untersuchenden Wasser zunächst den ungefähren Phenolgehalt durch die Farbreaktion mit diazotiertem p-Nitranilin nach J. J. Fox und A. J. Gange[1]. Reagens: 0,3 g p-Nitranilin in 20 ml Wasser lösen, 50 ml Schwefelsäure (1:4) und zuletzt 1—2 Kristalle $NaNO_2$ dazugeben. — Die Farbe wechselt von gelb nach blutrot bei 1—75 mg Phenol im Liter. Zur genauen Bestimmung verwendet man eine etwa 0,1 mg Phenol enthaltende Wassermenge, die man auf 2 ml entweder verdünnt oder in Gegenwart von NaOH einengt. Um störende Stoffe (Rhodanide, Thiosulfate, Sulfide) unschädlich zu machen, versetzt man mit soviel ammoniakalischer Kupfersulfatlösung, daß die über den Ausfällungen stehende Lösung blau gefärbt bleibt, gibt einige Tropfen 30%ige Kalilauge hinzu und destilliert alles Ammoniak heraus. Hierzu benutzt man am besten ein nach unten enger werdendes Mikrodestillierröhrchen (Spitzröhrchen), dessen Schliffaufsatz mit einem Gaseinleitungsrohr versehen ist. Man läßt nun ohne zu erwärmen erst 3—5 min lang lebhaft Kohlendioxyd durch die Flüssigkeit perlen und destilliert danach die Phenole samt Wasser bis auf einen Rest von 0,3—0,4 ml im CO_2-Strom in 8—10 min ab. Das Destillat versetzt man mit 10 Tropfen Salzsäure (1:1), gibt soviel 0,1 n Kaliumbromid-Kaliumbromatlösung hinzu (Membranbürette), bis eine deutliche gelbe Trübung eintritt, läßt 15—20 min stehen, gibt 4 Tr. Kaliumjodidlösung hinzu und titriert mit 0,1 n Thiosulfatlösung. Im Ergebnis ist ein auf dieselbe Weise, aber mit phenolfreiem Wasser ermittelter Blindwert zu berücksichtigen. Da normalerweise das mittlere Molekulargewicht der Phenole in Kokereiabwässern 109 beträgt und 1 Mol Phenol zur Tribromierung 6 Atome Br verbraucht, entspricht 1 ml 0,1 n Bromid-Bromatlösung 1,8 mg Phenol. Die Genauigkeit der Mikromethode ist ebenso groß wie die der Makromethode. F. Neumann.

Über eine modifizierte visuell colorimetrische Magnesiumbestimmung im Wasser auf Grund der Oxinfällung berichtet T. Ramakrishnan[2]. *Ausführung.* Man pipettiert 50 ml einer Wasserprobe in ein 60 ml-Zentrifugenglas, gibt 1 ml 5%ige Na-Wolframatlösung zu und erwärmt 5 min auf dem Wasserbade. Der Ca-Wolframatniederschlag wird 10 min lang zentrifugiert und 25 ml der überstehenden klaren Lösung werden in ein anderes 60 ml-Zentrifugenglas pipettiert. Nun pipettiert man genau 25 ml 0,5%ige Oxinlösung (in absolutem Alkohol) zu und macht mit Ammoniak stark alkalisch. Die Lösung wird wiederum 10 min lang zentrifugiert, 20 ml der überstehenden klaren Lösung werden in einen Nessler-Zylinder abgenommen und mit verd. Salzsäure neutralisiert. Nun fügt man 5 ml 0,01 n Salzsäure und 1 ml 0,15%ige Fe(III)-chloridlösung zu und verdünnt auf 100 ml. Nach 10 min wird die grüne Färbung gegen steigende Mengen (1—5 ml) Oxinlösung, die genau so behandelt wurden, verglichen. Der Analysenfehler bei der Bestimmung von 10—100 mg Mg 50 ml lag bei max. $\pm$ 0,4% des Sollwertes. Die in gewöhnlichen Wässern vorkommenden Salze, sowie 10 μg Al/ml stören bei der Bestimmung nicht. Bei Anwesenheit von größeren Eisenmengen ist es ratsam, diese vorher durch eine Ammoniakfällung abzutrennen.

---

[1] J. Soc. chem. Ind. **39**, 260 (1920).

[2] Journ. Indian chem. Soc. **29**, 713 (1952). Indian Inst. of Science, Bangalore.

Für die Bestimmung sehr kleiner Strontiumgehalte in Mineralwässern arbeiteten H. Ballczo und H. Muthenthaller[1] ein Verfahren aus, bei welchem das Strontium zunächst gemeinsam mit Barium durch Adsorption an einer alkalisch vorbehandelten Aluminiumoxydsäule angereichert wird. Die Säule hält Ba und Sr quantitativ, Ca nur zum Teil zurück. Zur Abtrennung von den Ca-Resten dient die zweckmäßig modifizierte Salpetersäuremethode nach S. G. Rawson[2], die Trennung von Barium erfolgt nach dem Chromatverfahren, die noch in Lösung verbliebenen Barium- und Chromat-Ionen werden an einer sauer vorbehandelten Aluminiumoxydsäule zurückgehalten. Schließlich wird das Strontium in das Borat übergeführt und durch Titration mit Säure bestimmt. — *Ausführung.* Das strontiumhaltige Wasser (max. 0,5 mg Sr l) wird mit einigen Tropfen 2 n Salpetersäure angesäuert und das Kohlendioxyd verkocht. Nach dem Abkühlen macht man mit 1 n Natronlauge gegen Phenolphthalein schwach alkalisch und läßt durch die Aluminiumoxydsäule mit einer Geschwindigkeit von höchstens 100 ml je 10 min durchtropfen. Das Adsorptionsrohr von 17 mm ⌀ ist über einem Glaswolleverschluß mit einer 50 mm hohen Schicht von Aluminiumoxyd nach Brockmann gefüllt; die Säule wird mit 30 ml n Natronlauge vorbehandelt und danach mit 400 ml Wasser wieder ausgewaschen. Nach Durchlauf der Probelösung wird mit wenig Wasser nachgewaschen, dann löst man mit 20 ml n Salpetersäure Sr, Ba, sowie die zurückgehaltenen Teile von Al und Ca heraus und wäscht mit 60—80 ml 0,1 n Salpetersäure nach. Nach Filtration vom mechanisch mitgerissenen Aluminiumoxyd wird das Filtrat 3mal mit konz. Salpetersäure eingedampft und der Rückstand 1 Std bei 120° C getrocknet. Zur Abtrennung von der Kieselsäure befeuchtet man mit wenig Salpetersäure, verdünnt mit heißem Wasser, filtriert und wiederholt den Vorgang wenn notwendig. Etwa anwesende Borsäure wird als Methylester vertrieben. Im Filtrat fällt man mit Ammoniak und Ammoniumnitrat Aluminium und Eisen aus und wiederholt die Fällung bei Anwesenheit von viel Strontium. Nach Vertreiben der Ammoniumsalze auf dem Sandbade nimmt man den Rückstand mit reinster, an Strontiumnitrat gesättigter Salpetersäure (1,45) auf. Sollte Barium vorhanden sein, so wird dieses vorher mit Ammoniumchromat bei p_H 5,4 ausgefällt. Es ist dann zweckmäßig, das anfallende Filtrat durch eine sauer vorbehandelte Aluminiumoxydsäule (Al_2O_3 reinst, H_2O-frei, von Merck) von den störenden in Lösung verbliebenen Kationen bzw. Anionen zu befreien. Das erhaltene reine Strontiumnitrat wird in wenig heißem Wasser gelöst und mittels einer Spezialglasapparatur in einen Platintiegel übergesaugt. (Abb. im Orig.) Man dampft die Lösung ein und setzt inzwischen etwa die 30fache Menge reinster Borsäure zu, glüht etwa 20 min auf gutem Teclubrenner stark und löst nach dem Erkalten das gebildete Strontiummetaborat mit 2,0 ml 0,01 n Salzsäure auf dem Wasserbad auf. Die Lösung wird mit Methylalkohol 5—10 min gekocht und unter Zusatz von Methylrot-Methylenblau-Mischindicator (nach Tashiro) ebenso wie die zum Lösen verwendete Menge Salzsäure (Leertitration) mit 0,002 n Natriumtetraboratlösung auf den gleichen Farbtonwert zurücktitriert (Doppeltitration)[3]. Es wurde der Strontiumgehalt von bekannten Mineralwasserquellen nach dieser Methode bestimmt; die Abweichung von den nach Standardverfahren gefundenen Werten betrug ± 2%. Die alkalisch vorbehandelte Adsorptionssäule muß nach jeder Bestimmung mit frischem Aluminiumoxyd gefüllt werden. H. Pohl.

Untersuchungsmethoden für die Fett- und Wachsindustrie. Über die aus Gemeinschaftsarbeiten der Deutschen Gesellschaft für Fettforschung hervorge-

[1] Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta (Wien) **39**, 152 (1952). II. chem. Lab., Univ. Wien.

[2] J. Soc. chem. Ind. **16**, 113 (1897); vgl. diese Z. **46**, 178 (1907).

[3] Vgl. H. Ballczo u. J. Sinabell, Mikrochem. **34**, 404 (1949); vgl. diese Z. **131**, 209 (1950); H. Ballczo, diese Z. **134**, 321 (1951).

gangene Neubearbeitung der „Einheitlichen Untersuchungsmethoden für die Fett- und Wachsindustrie" XII: Ölsaaten und -früchte, Ölkuchen und Schrote, berichten H. P. Kaufmann und J. Baltes[1]. Nach Anweisungen über die Probenahme der Rohstoffe und ihre Vorbereitung zur Analyse werden beschrieben: die Bestimmung des Besatzes, der flüchtigen Bestandteile (Trocknen bei 105° C, bei trocknenden Ölen unter Kohlendioxyd oder im Vakuum bei 60—70° C), des Fettes (bei Ölsaaten und -früchten Petrolätherextraktion [Sp. 40—55° C], mehrmals unterbrochen durch Verreiben mit Sand, bei Ölkuchen und Schroten Ätherextraktion), der Asche (Glührückstand bei 500—600° C), des Roheiweißes (Aufschluß nach Kjeldahl) und der Rohfaser nach dem Weender Verfahren. F. Neumann.

Die Bestimmung des Neutralfetts wurde vom *Laboratorio Provinciale, Bergamo*[2] an Hand der von der Internationalen Kommission zum Studium der Fette vorgeschlagenen vier Methoden kritisch überprüft. Als Ergebnis der Untersuchungen wird folgendes Verfahren empfohlen: Man löst 5 g des zu prüfenden Fettes in 50 ml 95 Vol%igem Äthanol in einem Scheidetrichter. Hierauf neutralisiert man genau mit n Kalilauge gegen Phenolphthalein. Falls das Fett so dunkel gefärbt ist, daß man den Farbumschlag nicht beobachten kann, setzt man Lauge in geringem Unter- oder Überschuß zu. Durch Wasserzusatz verdünnt man die alkoholische Lösung auf 50 Vol% und schüttelt mit 50 ml Petroläther. Nach Stehenlassen entfernt man die klare Petrolätherschicht von der wäßrigalkoholischen Schicht, filtriert, überführt in einen Scheidetrichter, zersetzt die Seife mit Schwefelsäure und schüttelt mit 50 ml Petroläther aus. Man trennt die wäßrige Phase ab, wäscht den petrolätherischen Auszug 3 oder 4 mal mit destilliertem Wasser, behandelt ihn mit entwässertem Natriumsulfat, bringt in eine gewogene Schale, verdampft den Petroläther auf dem Wasserbade, trocknet einige Minuten im Trockenschrank und wägt. Dann ermittelt man die Säurezahl der extrahierten Fettsäuren I_F, außerdem die Säurezahl I_S des Fettes selbst nach der üblichen Methode. Der Prozentgehalt P der Fettsäuren ergibt sich aus der Formel $P = 100\, I_S/I_F$. Das Neutralfett ist die Ergänzung auf 100, die allenfalls auch Unverseifbares, Feuchtigkeit und Verunreinigungen beinhaltet.

H. Freytag.

Abb. 1. Sapoacidimeter nach A. Bruno.

Eine volumetrische Methode zur Schnellbestimmung der Gesamtfettsäuren in Seifen wurde von A. Bruno[3] ausgearbeitet, die wesentlich genauere Ergebnisse als etwa die offizielle oder die „Kuchenmethode" liefert. Zur Ausführung bedient man sich des in Abb. 1 wiedergegebenen „*Sapoacidimeters*". Die Skaleneinteilung ist so bemessen, daß jeder Teilstrich bei 100° C 1 Gew.-% Gesamtfettsäure der untersuchten Seife entspricht. Zur Durchführung der Methode benötigt man noch eine eigens konstruierte Zentrifuge, eine graduierte Pipette sowie ein Wasserbad aus einem

[1] Fette u. Seifen **54**, 257 (1952).

[2] Olii minerali, Grassi, Saponi, Colori, Vernici **26**, 69 (1949). Lab. Chim. Provinciale, Bergamo (Italien).

[3] Ann. Chimica **40**, 91 (1950). Ist. Chim. anal., Univ., Rom.

zylindrischen Glas von 1 Liter Inhalt, in dem sich 2 Metallgestelle mit Öffnungen befinden, das eine für ein kleines Becherglas, um die Seife in Lösung zu bringen, und das andere, um das Sapoacidimeter vertikal zu stellen. Man wägt genau 1 g Seife (oder 10—20 ml flüssige Seife) in dem kleinen Becherglas ab, fügt 10 ml destilliertes Wasser hinzu und erwärmt im Wasserbade. Sobald die Seife gelöst ist, überführt man sie in das ebenfalls im Wasserbad befindliche Sapoacidimeter und wäscht 2mal mit 5 ml warmem Wasser nach. Nun gibt man aus der Pipette 5 ml n Schwefelsäure hinzu, bringt den Inhalt auf 100° C, ergänzt ihn bis zum Skalenteil 20 mit Wasser und setzt die Erwärmung im Wasserbad fort, bis sich die Fettsäuren als klare Flüssigkeit im graduierten Teil des Sapoacidimeters gesammelt haben. Hierauf setzt man es in die Metallhülse der Zentrifuge und zentrifugiert 2—3 min lang, gibt das Acidimeter wieder in das siedende Wasserbad zurück und liest nach 10 min die Fettsäureschicht ab. Die Anzahl der Skalenteile entspricht direkt dem Prozentgehalt. Der Barometerstand hat keinen Einfluß auf die Genauigkeit. H. Freytag.

Seife, freie Fett- und Harzsäuren bzw. freies Alkali haben S. H. Maron, J. N. Ulevitch und M. E. Elder vor einigen Jahren schnell, sicher und genau durch konduktometrische Titration bestimmt[1]. In einer neueren Arbeit[2] zeigen dieselben Verf., daß jene Komponenten sich auf gleiche Weise ohne weiteres auch in synthetischen *Gummilatices* bestimmen lassen. Man muß nur die Latexproben (10—50 g) zuerst mit 200 ml Wasser verdünnen und dann 200 ml 99%igen Isopropylalkohol hinzufügen; anderenfalls würde der Alkohol den Latex koagulieren. F. Neumann.

Zur Mikrobestimmung der Säurezahl geben H. Flaschka und H. Lackner[3] in Ergänzung zu der früher erschienenen Arbeit[4] eine mit einfachen Mitteln herstellbare Einrichtung an. Um den Kohlensäurefehler zu vermeiden, läßt man durch die zu titrierende Lösung mittels eines Gummigebläses und ein zwischengeschaltetes Natronkalkrohr von Kohlensäure befreite Luft in kleinen Bläschen kräftig durchperlen. Die CO_2-haltige Raumluft wird dadurch von der Flüssigkeitsoberfläche ferngehalten und man erhält auch bei langsamem Arbeiten gut reproduzierbare Werte. Für das Spitzröhrchen mit der Probe benutzt man als Ständer einen passenden Fußklotz, der zur besseren Beobachtung des Indicatorumschlags weiß gestrichen ist. Man titriert Einwaagen von 20—50 mg, bei kleinerer Säurezahl entsprechend größere Einwaagen mit 0,1 n Natronlauge, die man aus einer Mikrobürette, z. B. der Gorbach-Bürette, deren Spitze 0,5—1 cm über der Probelösung sich befindet, zutreten läßt. Das Verfahren liefert sehr gute Werte. H. Zellner.

Über die Anwendung der Jodzahlbestimmungsmethode von Rosenmund-Kuhnhenn[5] auf Stoffe mit geringen Jodzahlen, wie Paraffinum liquidum oder Weißöl berichten K. W. Rosenmund und H. H. Grandjean[6]. Von *Paraffinöl* wählt man eine große Einwaage und verzichtet auf Tetrachlorkohlenstoff als Lösungsmittel. Die Einwaage, die sich durch Division der zur Anwendung gelangenden Anzahl ml der 0,1 n Pyridinsulfat-Bromlösung in Eisessig durch die zu erwartende Jodzahl errechnet (meist etwa 4 g), wird mit 20 ml der Meßlösung zur völligen Durchmischung kräftig geschüttelt und dies während 10 min häufig wieder-

[1] Analyt. Chemistry **21**, 691 (1949); vgl. diese Z. **131**, 164 (1950).

[2] Analyt. Chemistry **24**, 1068 (1952). Dep. Chem. and Chemical Eng., Case Institute of Technology, Cleveland, Ohio (USA).

[3] Fette u. Seifen **54**, 141 (1952). Lack- u. Farbenwerke A. Zankl Söhne, Graz-Gösting.

[4] Fette u. Seifen **52**, 737 (1950); vgl. diese Z. **135**, 305 (1952).

[5] Z. Unters. Nahrungs- u. Genußm. **46**, 154 (1923); vgl. diese Z. **72**, 168 (1927).

[6] Erdöl u. Kohle **5**, 348 (1952). Pharm. Inst., Univ. Kiel.

holt. Tageslicht ist stets auszuschließen. Man fügt 5 ml 10%ige Kaliumjodidlösung zu und titriert nach starkem Durchschütteln mit 0,1 n Thiosulfatlösung zuerst auf hellgelb, nach Zusatz von 80 ml Wasser und 1 ml Stärkelösung unter Schütteln auf Farblosigkeit. — Von *Paraffinum liquidum* mit der möglichen Jodzahl von 1 werden etwa 2 g eingewogen. Man benutzt 20 ml 0,01 n Meßlösung, erhalten durch Auffüllen von 10 ml der 0,1 n Lösung auf 100 ml mit Eisessig. Vorher wurde die Einwaage in 10 ml Tetrachlorkohlenstoff gelöst. Zu jedem solchen Ansatz wird ein Blindversuch angestellt. Nach jeweils 10 min fügt man 2 ml 10%iger Kaliumjodidlösung zu. Hierauf wird nach Umschwenken aus einer Feinbürette mit 0,1 n Thiosulfatlösung wie beschrieben auf Farblosigkeit titriert. — An Stelle der jodometrischen Bestimmung des Bromüberschusses kann zur Einsparung von Jod auch die Rücktitration mit Arsenitlösung angewandt werden. Man verfährt wie vorhin angegeben, fügt aber allen Blind- und Hauptansätzen 10 ml 0,05 n Natriumarsenitlösung aus einem Becherglas, in das sie pipettiert worden war, *in einem Guß* zu, schüttelt bis zum Verschwinden der Bromfärbung und mischt unter Nachspülung des Becherglases 2 mal 15 ml einer 30%igen Schwefelsäure zu. Nach Zugabe von 1 ml wäßriger Methylorangelösung und Umschütteln titriert man aus der Feinbürette mit der 0,1 n Pyridinsulfat-Brom-Eisessiglösung unter häufigem Durchschütteln bis zur Entfärbung. H. Freytag.

Zur Bestimmung der waschaktiven Substanz von Alkylarylsulfonaten und Fettalkoholsulfonaten benutzt und ergänzt R. Wickbold[1] die p-Toluidin-Methode von T. U. Marron und J. Schifferli[2] in der Ausführungsform von H. Stüpel und A. von Segesser[3]. Da zur Erlangung genauer Ergebnisse die Kenntnis des Durchschnittsmolekulargewichtes der jeweils untersuchten Alkylarylsulfonate notwendig ist, schlägt Wickbold vor, ihre p-Toluidinsalze mit Äther zu extrahieren, nach Verdampfen des Äthers den Rückstand 2 Std im Vakuum-Exsiccator zu trocknen und zu wägen. Eine parallel dazu ausgeführte Titration mit p-Toluidin liefert die Anzahl der Äquivalente, so daß der Quotient Gewicht: Äquivalente das Äquivalent- bzw. das Molgewicht des p-Toluidinsulfonates darstellt, woraus sich weiter das Molgewicht des Natriumsulfonates ergibt. — Nach Ausfällung der waschaktiven Substanz kann man leicht das anorganische Sulfat bestimmen, wozu eine neue schnelle Titrationsmethode mit Bleinitratlösung ausgearbeitet wurde. Um das entstehende Bleisulfat schwerer löslich zu machen, verdünnt man mit dem gleichen Volumen Aceton. Man titriert mit 0,1 n Bleinitratlösung, wobei sich am Ende ein p_H-Wert von 2,5—3,0 einstellt. Hierbei ist die bei höheren p_H-Werten übermäßige Empfindlichkeit des als Indicator zugesetzten Dithizons (40 mg in 100 ml Butanol) soweit gedrückt, daß erst der erste überschüssige Tropfen Bleinitratlösung einen scharfen Umschlag von grün nach rot (Pb-Dithizonat) bewirkt. Da die Gegenwart von überschüssigem p-Toluidinhydrochlorid den Äquivalenzpunkt etwas verschiebt, ermittelt man den Titer der Bleinitratlösung durch eine parallel ausgeführte Bariumsulfatfällung.

Bei der Fällung von Fettalkoholsulfonaten mit p-Toluidinhydrochlorid wird zwar alles Sulfonat ausgefällt, aber ein Teil (z. B. bei Laurinalkoholsulfonat 15%) liegt im Niederschlag nicht an Toluidin gebunden, sondern als Natriumsalz vor, wodurch die einfache titrimetrische Bestimmung fehlerhaft wird. Dampft man aber den Ätherextrakt (Ätherlösung des Niederschlages) weitgehend ein, nimmt mit Aceton-Wasser (40:60) auf und läßt die Lösung durch einen *Kationenaustauscher*

[1] Fette u. Seifen **54**, 394 (1952). Chem. Werke Hüls GmbH., Marl, Krs. Recklinghausen.

[2] Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **18**, 49 (1946).

[3] Fette u. Seifen **53**, 260, 327 (1951); vgl. diese Z. **137**, 397 (1952/53).

fließen, dann erhält man im Filtrat die freien Sulfonsäuren, die man durch Titration mit 0,1 n Natronlauge einwandfrei bestimmen kann. Da bei der Extraktion des Niederschlages etwas p-Toluidinhydrochlorid vom Äther mitgelöst wird, muß die daraus entstehende Salzsäure, die ebenfalls Natronlauge verbraucht, mit 0,1 n Silbernitratlösung titriert und berücksichtigt werden. F. Neumann.

Ligninsulfonsäure in Sulfitzellstoffablauge kann man nach R. Senju[1] schnell und genau titrimetrisch durch Fällung mit *Polyglykolglucosamin* bestimmen, indem man einen Überschuß des Fällungsmittels anwendet und den Überschuß mit dem Schwefelsäureester des Polyvinylalkohols zurücktitriert. Im Gegensatz zu anderen bisher verwendeten hochmolekularen Stickstoffbasen soll nach Angabe des Verf. das Polyglykolglucosamin die Ligninsulfonsäure quantitativ fällen. — *Ausführung.* Zu 5 ml zwanzigfach mit Wasser verdünnter Sulfitablauge fügt man unter Umschütteln 5 ml 0,01 n Polyglykolglucosaminlösung (Normalität bezogen auf die NH_2-Gruppe) hinzu. Ein Teil des entstehenden Niederschlages bleibt wegen der Anwesenheit von überschüssigem Fällungsmittel kolloidal verteilt. Sobald die dem Überschuß äquivalente Menge Polyvinylalkoholschwefelsäureester (als 0,0025 n Lösung) zugesetzt ist, wird die trübe Lösung augenblicklich klar, und der Niederschlag flockt aus. Obwohl das Klarwerden das Titrationsende ziemlich scharf anzeigt, kann man sicherheitshalber noch Toluidinblau als Indicator benutzen. — Der Niederschlag besitzt stöchiometrische Zusammensetzung. Bestimmt man sein Gewicht bezogen auf eine NH_2-Gruppe und subtrahiert davon das bekannte Äquivalentgewicht des Polyglykolglucosamins ($C_8H_{16}O_5N$ = 206), so erhält man das zur Berechnung benötigte Äquivalentgewicht der Ligninsulfonsäure, das im Mittel 380 beträgt. F. Neumann.

Die Bestimmung von Äthylendiamin in Cupriäthylendiaminlösungen, wie sie zur *Ermittlung des Polymerisationsgrades von Cellulose* benutzt werden, ist bei den gebräuchlichen Methoden, die auf der Differenz zwischen Gesamtbasentitration und Kupfertitration beruhen, nicht sonderlich genau. Auch die Titration des Äthylendiamins nach Ausfällung des Kupfers mit Schwefelwasserstoff ist nur dann zuverlässig, wenn die Lösung mit analysenreinem Kupferoxyd hergestellt worden war. In jedem Falle genau und sicher arbeitet dagegen das folgende Verfahren von G. Gran und C.-U. Wetlesen[2]: 25 ml Cupriäthylendiaminlösung werden mit Salz- oder Schwefelsäure schwach angesäuert. Man fällt das Cu mit Schwefelwasserstoff, filtriert vom Niederschlag unter Nachwaschen ab und verdünnt auf 250 ml. 100 ml davon macht man mit Natronlauge alkalisch und destilliert bis auf einen kleinen Rest in vorgelegte 0,1 n Salzsäure über, füllt in den Destillierkolben 100 ml Xylol und destilliert auch davon die Hauptmenge über, wobei der Rest des Äthylendiamins mitgenommen wird. Den Salzsäureüberschuß in der Vorlage titriert man zuletzt mit Natronlauge potentiometrisch oder mit Bromphenolblau als Indicator zurück. F. Neumann.

Zur quantitativen Extraktion von Weichmachern aus Celluloseacetaten eignet sich nach G. C. Whitnack und E. St. Clair Gantz[3] am besten ein Halbmikro-Soxhlet-Apparat und als Extraktionsmittel eine Mischung aus gleichen Teilen von absolutem Alkohol und „Skellysolve B" vom Siedepunkt 60–70° C (Hersteller Skelly Oil Co.; vermutlich niedrigsiedendes Benzin. D. Ref.). Die Verwendung

[1] Bull. chem. Soc. Japan **25**, 131 (1952). Univ. Kyushu (Japan).

[2] Acta chem. scand. (Kopenhagen) **6**, 807 (1952). Swedish Forest Prod. Res. Lab., Stockholm.

[3] Analyt. Chemistry **24**, 1060 (1952). Anal. Chem. Branch, U.S. Naval Ordnance Test Station, China Lake, Calif. (USA).

eines Gemisches ist deshalb notwendig, weil manche Weichmacher sich nur in dem einen oder in dem anderen Lösungsmittel gut lösen. Vor der Extraktion wird die Acetylcellulose fein geschrotet (20 Maschen-Sieb). Zur vollständigen Extraktion sind 20 Std Zeit nötig. Danach verdampft man die Hauptmenge des Lösungsmittels auf dem Dampfbad und trocknet den Rückstand bei Zimmertemperatur im Vakuum.
F. Neumann.

Für den Nachweis von Salpetrigsäure- und Salpetersäureestern untersuchte Rosa C. d'Alessio de Carnevale Bonino[1] die Eignung von zwei Reaktionen, nämlich der Nitratreaktion von E. Pozzi-Escot[2] und der Nitratreaktion von J. A. Sánchez[3]. — *Nachweis der Salpetersäureester.* Die Nitratreaktion von Pozzi-Escot wird ausgeführt, indem man 5 mg p-Nitranilin mit 7—8 Tropfen konz. Schwefelsäure versetzt, 1—2 Tropfen der Lösung der Probe zufügt, auf 150° C erhitzt, nach dem Abkühlen mit Wasser verdünnt und mit Natronlauge alkalisch macht. Spuren Nitrat geben Rotfärbung. Die Überprüfung ergab aber, daß die Reaktion bei der Anwendung auf *Nitroglycerin* oder *Äthylnitrat* infolge Niederschlagsbildung versagt. Die Verfasserin empfiehlt daher eine Kombination mit der klassischen Reaktion von I. V. Janowsky[4]: Man verfährt zunächst wie bei Pozzi-Escot, schüttelt aber die mit 5 ml Wasser verdünnte Lösung vor Zufügen der Lauge mit 3 ml Äther aus, wäscht den Extrakt mit Wasser und verdampft dann den Äther. Der Rückstand wird mit 2 ml Aceton aufgenommen und mit 1 ml 30%iger Natronlauge versetzt. Die Acetonschicht färbt sich bei Nitratgegenwart rot. Salpetrigsäureester reagieren nicht. Man kann also z. B. sehr gut *Nitroglycerin* von *Amylnitrit* oder *Äthylnitrat* von *Äthylnitrit* unterscheiden. — *Nachweis der Salpetrigsäureester.* Man fügt zu 2 ml der verdünnten wäßrigen Lösung der Probe 0,5 ml 1%ige wäßrige Lösung von Resorcin und 10 Tropfen konz. Schwefelsäure und erhitzt auf dem Wasserbad. Es entsteht Rosafärbung, beim Alkalischmachen mit Ammoniak tritt rote Fluorescenz auf (Bildung von Resorufin). Nitrate geben die Reaktion nicht.
Irmgard Schweitzer.

Zur Bestimmung des Fluorgehaltes von Heuproben aus rauchgasgeschädigten Gebieten haben H. Ballczo, O. Kaufmann und L. Bittner[5] eine neue Methode der Veraschung mittels Magnesium angewendet. Dadurch werden Carbonate und Phosphate in einem Arbeitsgang alkalisch reduziert. Der Fluorgehalt kann somit störungsfrei durch einmalige Destillation mit Überchlorsäure unter Zusatz von Ferrosilicium und einer Silberspirale mikroanalytisch bestimmt werden[6]. Die aus dem Abfall der Tennen gewonnenen Heuproben, in denen sich Fluor anreichert, wurden bei 100—150° C getrocknet. 20—50 g davon wurden mit 1 ml n Calciumacetatlösung je Gramm Substanz durchfeuchtet, nochmals getrocknet, verascht, geglüht und nach Überführung in eine Pt-Schale noch $^1/_4$ Std vor dem Gebläse geglüht. In der Asche wurden nun Carbonate und Phosphate mit einer der halben Einwaage entsprechenden Menge Magnesiumpulver in einem V2A-Tiegel reduziert. In dieser Asche wurde dann das Fluor wie angegeben bestimmt. Die Fluorwerte sind innerhalb von 10% reproduzierbar.
W. Grütz.

[1] Rev. Asoc. bioquím. argent. **17**, Nr. 73, 208 (1951).
[2] Anales quím. lab. invest. cientif. e ind. Perú, **1943**, 7.
[3] Rev. Asoc. bioquím. argent. **16**, 3 (1949).
[4] Ber. dtsch. chem. Ges. **24**, 971 (1891); vgl. diese Z. **101**, 188 (1935).
[5] Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta (Wien) **39**, 9 (1952). II. Chem. Labor., Univ. Wien.
[6] Vgl. H. Ballczo u. O. Kaufmann: Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta (Wien) **38**, 237 (1951); vgl. diese Z. **136**, 213 (1952).

Über die Analyse von Kaltwellpräparaten, insbesondere über die Prüfung auf *Thioglykolsäure*, berichtet H. KRAMER[1]. Zum Nachweis verdünnt man 2 ml der Probe mit Wasser auf 10 ml, säuert mit 5 ml 10%iger Essigsäurelösung an und schüttelt gründlich durch. Hierauf fügt man 2 ml 10%ige Cadmiumacetatlösung zu und schüttelt. Wenn sich ein weißer, gelatinöser Niederschlag bildet, so liegt Thioglykolsäure vor. Dieser Niederschlag löst sich in einem Überschuß von 10%iger Ammoniaklösung wieder auf. — Die Bestimmung der Thioglykolsäure erfolgt jodometrisch entsprechend folgender Vorschrift: Einen aliquoten Anteil der Probe mit etwa 250—300 mg Thioglykolsäure verdünnt man in einem ERLENMEYER-Weithalskolben auf 50 ml mit Wasser, versetzt mit 2—3 Tropfen Methylrotlösung und macht mit konz. Salzsäure schwach sauer. Nach Zugabe von 3—4 ml Stärkelösung titriert man mit 0,1 n Jodlösung auf Purpur. 1 ml entspricht 0,009209 g Thioglykolsäure. Reduzierende Substanzen stören. Die Standardabweichung beträgt 1,2%. — Die in Verbindung mit Kaltwellpräparaten verwendeten Oxydationsmittel können Kaliumbromat oder Natriumperborat enthalten. Deren an sich bekannten Nachweise werden im besonderen beschrieben. H. FREYTAG.

4. Auf Physiologie und Pathologie bezügliche Methoden.

Ultramikroanalysen des klinischen Laboratoriums, die mit Erfolg anzuwenden sind, beschreiben A. E. SOBEL und A. HANOK[2]. Es werden Beispiele für die Ultramikrotitration, Ultramikrocolorimetrie und -gasvolumetrie gebracht. Die speziellen Methoden beziehen sich auf die Bestimmung von Calcium, Chloriden, Harnstoff, Alkalireserven, Eiweiß, Blutzucker, Phosphatase, Cholesterin, Vitamin A, Carotin und flammenphotometrische Bestimmung von Natrium und Kalium. Von den allgemein gebräuchlichen Mikromethoden unterscheiden sich die Ultramikroverfahren nur durch verfeinerte Apparaturen und sehr geringe Substanzmengen.
K. HINSBERG.

Die polarimetrische Glykogenbestimmung nach HJ. STAUDINGER[3] haben W. SARREITHER und I. RÖCKEL[4] für größere Gewebemengen (5—15 g) umgearbeitet. Sie verwenden Zentrifugengläser von 100 ml Inhalt und ein normales Polarimeterrohr von 20 cm Länge und etwa 20 ml Inhalt. Das Gewebe wird in 30%iger Kalilauge gelöst, Glykogen mit Methanol gefällt, ausgewaschen, in 50%iger $MgCl_2$-Lösung gelöst, auf 25 ml aufgefüllt und polarimetrisch bestimmt. Spezifische Drehung + 195°, $c = \frac{a \cdot 100}{195 \cdot 2} = a \cdot 256$ mg% (a = abgelesene Drehung).
K. HINSBERG.

Zur chemischen Bestimmung von Tyrosin und Tyramin verwenden S. UDENFRIEND und J. R. COOPER[5] die Reaktion mit α-Nitroso-β-naphthol (NN). Wird Tyrosin oder Tyramin in größeren Mengen mit dem Reagens umgesetzt, so erhält man das molekulare Kondensationsprodukt, dessen chemische Analyse und Absorptionskurve mitgeteilt werden. Zur Bestimmung im Plasma (1 ml) wird dieses

[1] J. Assoc. off. agric. Chemists **35**, 285 (1952). Federal Security Agency, Washington, D. C.

[2] Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta (Wien) **39**, 51 (1952). Yewish Hospital of Brooklyn, N. Y. (USA).

[3] Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. **275**, 122 (1942).

[4] Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. **289**, 284 (1952). Physiol. Inst., Univ. Heidelberg.

[5] J. biol. Chemistry **196**, 227 (1952). U. S. Public Health Service, Bethesda, Maryland.

mit dem 3fachen Volumen Wasser (3 ml) verdünnt, und mit dem gleichen Volumen (1 ml) 30%iger Trichloressigsäure enteiweißt. Zu 2 ml Filtrat gibt man 1 ml 0,1%ige NN-Lösung in 95%igem Alkohol und erwärmt 30 min auf 55° C. Dann schüttelt man mit 10 ml Äthylendichlorid aus, trennt die Schichten durch Zentrifugieren und bestimmt die Extinktion der wäßrigen Schicht bei 450 mμ. In dem Äthylenchlorid löst sich das überschüssige NN. 0,1 μ-Mol Tyramin gibt nach der vorstehenden Methode im Beckman-Spektrophotometer eine Extinktion von 0,206. Bei unmittelbarer Colorimetrierung findet man eine Extinktion von 0,343, d. h. es werden 20% durch Extraktion mit Äthylenchlorid verloren und 20% werden nitriert und reagieren nicht mehr mit NN. Bei Berücksichtigung dieser Verluste in einer Eichkurve und bei einem Leerwert sind die Ausbeuten im menschlichen Plasma 83—100%, in der Leber 84—101%. Die Methoden mit Diazoreagens nach Pauly-Weiss oder mit dem Phenolreagens nach Folin-Ciocalteu[1] geben wesentlich höhere Werte. Bei der Bestimmung des Tyrosins in Proteinen sind die Werte ziemlich gleichmäßig. Eine Unterscheidung von Tyrosin und Tyramin kann nicht gemacht werden. K. Hinsberg.

Zur Perchlorsäurereaktion des Tryptophans nimmt J. W. Keyser[2] Stellung. Bei Tumoren und anderen Erkrankungen geht die Farbreaktion dem Polysaccharidgehalt der Proteine parallel, aber bei Ikterus findet man zu hohe Werte. In dem dialysierten Niederschlag gehen nur 8—9% der reagierenden Substanz verloren. Die Absorptionskurve gab identische Werte bei Gesunden und Kranken. Die Serummucoide geben etwas abweichende Werte. Die spezifische Extinktion wurde für eine Reihe von Proteinen je mg Hexose festgelegt. 60%ige Perchlorsäure gibt bessere Werte, wenn einige Zeit (vorsichtig!) gekocht wird. K. Hinsberg.

Zur Bestimmung von Natrium in biologischen Flüssigkeiten haben B. V. Pisha und D. Speier[3] die Fällung mit *Zinkuranylacetat* zu einer Schnellmethode ausgestaltet. Da die größte Fehlerquelle dieser Methode bekanntlich in unvollkommener, weil zu langsamer Abscheidung des Tripelsalzes besteht und Abkühlung und heftige Bewegung hierbei beschleunigend wirken, kühlen die Verf. das Reaktionsgemisch mit sich ausdehnendem Kohlendioxydgas, bis etwa die Hälfte gefroren ist, und schütteln dann mit einer mechanischen Vorrichtung, wobei die Eiskristalle das Durchwirbeln der Flüssigkeit besonders fördern. Das Natriumzinkuranylacetat scheidet sich unter diesen Bedingungen innerhalb 10 min quantitativ ab und wird colorimetrisch bestimmt. — *Ausführung.* Das Reagens enthält im Liter außer Wasser 77 g Uranylacetat, 231 g Zinkacetat ($\cdot 2\,H_2O$) und 21 ml Eisessig. Als Reaktionsgefäß dient ein Allihn-Filterrohr, das zunächst gegen Durchsickern der Flüssigkeit unten verschlossen ist. Man vermischt 10 ml Reagens mit 0,2—2 ml nötigenfalls enteiweißter oder naß veraschter Untersuchungsflüssigkeit, läßt in einer Kühlkammer in sich expandierender Kohlensäure halb erstarren und schüttelt 10 min heftig durch. Nach dem Auftauen des Eises saugt man ab, wäscht das Tripelsalz mit 5 ml mit demselben Salz gesättigtem Eisessig, dann zweimal mit je 5 ml absolutem Äther, löst es in 10 ml Wasser oder 0,1 n Ammoniumrhodanidlösung und colorimetriert mit Licht von 400—450 mμ. Die Abhängigkeit zwischen Extinktion und Na-Menge ist nicht ganz linear, weshalb man zur Auswertung eine

[1] Folin, O., und V. Ciocalteu: J. biol. Chemistry **73**, 627 (1927); vgl. auch Folin, O., and D. Marenzi: J. biol. Chemistry **83**, 89 (1929); vgl. diese Z. **119**, 295 (1940).

[2] Biochemic. J. **51** (Proc.), XLVI (1952). Welsh Nation. School of Med., Cardiff (England).

[3] Arch. Biochem. Biophysics **37**, 258 (1952). Madison Foundation for Biochem. Res., New York.

Eichkurve mit bekannten Na-Mengen herstellt. Temperaturunterschiede beim Auflösen des Tripelsalzes in Wasser haben auf die Gelbfärbung deutlichen Einfluß, den man zweckmäßigerweise durch Einstellen in ein Wasserbad von 25° C einige Minuten vor der Messung aufhebt oder durch Verwenden von Ammoniumrhodanidlösung an Stelle von reinem Wasser von vornherein vermeidet. — Die Ergebnisse sind auf $\pm 0{,}5\%$ genau. F. Neumann.

Mit der Bestimmung von Kupfer in Blut, roten Blutkörperchen und Plasma haben sich C. J. Gubler, M. E. Lahey, Helen Ashenbrucker, G. E. Cartwright und M. M. Wintrobe[1] beschäftigt. Um den zeitraubenden nassen Aufschluß oder die trockene Veraschung zu vermeiden, untersuchten sie die Möglichkeit, das an Eiweiß gebundene Kupfer mit Salzsäure abzuspalten. Es zeigte sich, daß die Zugabe von 2 n Salzsäure mit einer Einwirkungszeit von 10 min bei Raumtemperatur am geeignetsten ist. Schwächere Säure löst das Cu aus den roten Blutkörperchen nicht vollständig heraus, stärkere Säure sowie höhere Extraktionstemperatur führen zu störenden Verfärbungen. Nach der Salzsäureextraktion fällt man die Eiweißstoffe mit Trichloressigsäure und bestimmt in der Lösung das Kupfer auf bekannte Weise colorimetrisch mit Natriumdiäthyldithiocarbaminat. Die dabei entstehende braungelbe Verbindung bildet sich mit gleicher Farbstärke im Bereich von p_H 6—10 (man bringt die Lösung am besten auf p_H 8—9) und hält sich praktisch unverändert bei niedrigem Cu-Gehalt bis zu 90 min, bei höherem Cu-Gehalt nur etwa 30 min. — *Ausführung.* Zu 1 ml Blut, Plasma oder Blutkörpersuspension gibt man 1 ml 2 n Salzsäure, läßt 10 min stehen, fügt 1 ml 20%ige Trichloressigsäurelösung hinzu und läßt wieder 10 min stehen. Das ausgeflockte Eiweiß zentrifugiert man ab und versetzt 2,4 ml der überstehenden Flüssigkeit mit 0,2 ml gesättigter Natriumpyrophosphatlösung (um Eisen komplex in Lösung zu halten), weiter mit 0,2 ml gesättigter Natriumcitratlösung (damit Calcium gelöst bleibt) und mit 0,4 ml 21%igem Ammoniak und verdünnt mit Wasser auf 3,3 ml Gesamtvolumen. Man bestimmt zunächst bei 440 mμ die Extinktion dieser Mischung (= Eigenfarbe), setzt dann 0,2 ml 0,1%ige Natriumdiäthyldithiocarbaminatlösung hinzu und mißt ebenfalls bei 440 mμ die Zunahme der Extinktion durch den Cu-Carbaminatkomplex, wobei auch die Verdünnung durch die Carbaminatlösung zu berücksichtigen ist. — Im Vergleich zu den Cu-Werten nach nassem Aufschluß findet man mit der Salzsäureextraktion bei gewaschenen roten Blutkörperchen und bei Plasma praktisch dieselben Ergebnisse, bei Gesamtblut etwas niedrigere. Parallelbestimmungen können um 6—10% voneinander abweichen. F. Neumann.

Zur Kohlenoxydbestimmung im Blut hat T. Dalhamn[2] ein einfach durchzuführendes Verfahren ausgearbeitet, das auf der Mikrobestimmung von Blutgasen nach P. F. Scholander und F. J. W. Roughton[3] beruht. Mit einer Blutcapillarpipette entnimmt man etwa 40 μl Blut und mischt es mit einer Kaliumferricyanidlösung, welche Kaliumhydrogencarbonat und etwas Saponin enthält und setzt einen Acetatpuffer zu. Durch das durch Schütteln erzeugte CO_2 werden O_2, N_2 und CO aus dem Blut extrahiert; Kohlendioxyd und Sauerstoff werden danach von einer alkalischen Pyrogallollösung absorbiert. Der Gasrest von CO und N_2 wird in einer Capillarpipette gemessen und der CO-Gehalt wird wie üblich durch Absorption in ammoniakalischer Kupfer(I)-salzlösung bestimmt. Nach Korrektur für Druck und

---

[1] J. biol. Chemistry **196**, 209 (1952). Univ. of Utah, Coll. of Med., Salt Lake City (USA).

[2] Nordisk Med. **48**, 971 (1952) [Schwedisch]. Statens inst. för folkhälsan, Tomteboda, Schweden.

[3] J. ind. Hyg. Toxicol. **24**, 218 (1942); J. biol. Chemistry **148**, 551 (1943).

Temperatur berechnet man den Kohlenoxydgehalt in Volumprozenten. Das Verfahren gibt etwas niedrigere Werte als die maßanalytische Palladium(II)-chloridmethode von R. Wennesland[1]. Die Standardabweichung beträgt bei beiden Methoden 0,155 Vol% Kohlenmonoxyd. Birgit Fresenius.

Die Mikrobestimmung von Kohlenoxydhämoglobin gelingt nach Sh. Akiya und A. Tanimura[2] mit nur 0,2 ml Blut auf spektrophotometrischem Wege. Dabei benutzt man den starken Unterschied der Absorption zwischen Sauerstoffhämoglobin und Kohlenoxydhämoglobin bei 410—420 mμ. F. Neumann.

Eine Apparatur zur Kohlendioxydbestimmung im Plasma beschreiben J. H. Kinoshita, J. P. Bunker und P. F. Scholander[3], wobei sie ein volumetrisch arbeitendes System nach P. F. Scholander, L. C. Claff, J. Andrews und D. F. Wallach[4] benutzen. 1 ml Blut wird in einer Tuberkulinspritze aufgenommen, welche in dem toten Raum Heparinlösung enthält. Der durch diese bedingte Verdünnungsfehler von 1–2% kann empirisch bestimmt werden. Mit einer besonderen Vorrichtung (Zeichnung im Original) wird in der Spritze zentrifugiert und mit einer Nadel in ein Capillarrohr gedrückt, welches einerseits mit einem Quecksilbertropfen, andererseits mit einer Gummikappe verschlossen ist. Die Reaktionskammer wird mit 0,3 ml 0,2 n Schwefelsäure bis zum Temperaturausgleich geschüttelt, dann 0,1 ml Plasma bzw. Carbonatlösung eingespritzt und der CO_2-Gehalt aus der Vol.-Differenz berechnet. Mit einer kleinen Modifikation kann die Bestimmung auch in Gegenwart von Äther durchgeführt werden, was für Säure-Basenstudien an mit Äther anästhesierten Kindern benutzt wurde. 24—32 Bestimmungen können in 1 Std durchgeführt werden. Die Genauigkeit beträgt durchschnittlich 0,3 mMol im Liter. K. Hinsberg.

Der Kohlendioxydgehalt des Serums oder Plasmas läßt sich nach A. C. Kibrick, M. R. Ross und S. J. Skupp[5] titrimetrisch mit einer Glaselektrode ermitteln, wenn das Serum mit Salzsäure auf p_H 4 angesäuert und dann mit 0,2 n Natronlauge auf den ursprünglichen p_H-Wert zurücktitriert wird. Aus der Differenz gegenüber einer Leerwertkurve läßt sich der CO_2-Gehalt berechnen. Zwischen 40 bis 80 Vol% stimmt er mit den gasometrischen Werten von van Slyke sehr gut überein, wenn das Serum unter Öl aufgefangen wird. K. Hinsberg.

Die Hypobromit-Methode zur Bestimmung des Nichtprotein-Stickstoffs in Blut nach F. Rappaport und F. Eichhorn[6] verglichen E. E. Mandel, M. Gippin und Florence L. Jones[7] mit dem Verfahren von O. Folin und H. Wu[8] sowie mit der Mikro-Kjeldahl-Bestimmung. Es zeigte sich, daß mit Hypobromit nur 80—89% der Folin-Wu-Werte und 78—97% der Kjeldahl-Werte erhalten werden. Prüflösungen mit dem höchsten Stickstoffgehalt geben die kleinsten Werte. Verdünnung der Filtrate der Blutproben vor Durchführung der Hypobromitreaktion nähert die Stickstoffwerte so an die nach Kjeldahl erhaltenen, daß der negative

[1] Acta physiol. scand. **1**, 49 (1940); **5**, 76 (1942).

[2] J. Pharmaceut. Soc. Japan **72**, 453 (1952) [Japanisch] (nach engl. Zus.fass. referiert). Univ. Tokio.

[3] J. Lab. clin. Med. **40**, 156 (1952). Harvard Med. School., Dep. Biol. Chem. and Anesth. Lab., Boston, Mass. (USA).

[4] J. gen. Physiol. **35**, 375 (1952).

[5] Proc. Soc. exp. Biol. Med. **80**, 551 (1952). Dep. Chem., Bronx Hospital, New York.

[6] J. Lab. clin. Med. **32**, 1034 (1947); vgl. diese Z. **131**, 234 (1950).

[7] J. Lab. clin. Med. **39**, 818 (1952). Public Health Serv., and Dep. of Path., Emory Univ., Atlanta (USA).

[8] J. biol. Chemistry **38**, 81 (1919); vgl. diese Z. **63**, 318 (1923); **66**, 196 (1925).

Fehler der Methode innerhalb 10% bleibt. Die FOLIN-WU-Methode liefert höhere Werte bei Blutfiltraten als das KJELDAHL-Verfahren, doch hält sich ihr Verhältnis zu ihm leidlich konstant im Bereich der zu ermittelnden Stickstoffgehalte, so daß klinischer Gebrauch möglich ist. Die Methode von RAPPAPORT und EICHHORN ist praktischer und nützlicher, doch muß ihre Unzulänglichkeit stets beachtet werden.

H. FREYTAG.

Zur Bestimmung der Bromide in Blut und Liquor beschreiben W. D. PAUL, R. W. KNOUSE und J. I. ROUTH[1] eine Modifikation der Goldbromidmethode[2]. Es hat sich bewährt, das Eiweiß in 5%iger Trichloressigsäure zu fällen und den Niederschlag quantitativ mit 0,35%iger Natriumchloridlösung auszuwaschen. Man erhält dann sehr konstante Eichkurven für verschiedene Körperflüssigkeiten. Es genügt 1 ml Serum oder dergleichen mit 2 ml 0,75%iger Kochsalzlösung zu verdünnen, mit 1 ml 20%iger Trichloressigsäure zu enteiweißen, zu filtrieren, den Niederschlag mit 0,75%iger Kochsalzlösung auszuwaschen, das Filtrat auf 4 ml aufzufüllen und genau 0,5 ml einer 0,5%igen Goldchloridlösung zuzusetzen. Die Eichkurve gilt für 0—200 mg% Bromid.

K. HINSBERG.

Zur katalytischen Mikrobestimmung von Mangan in biologischem Material (außer Knochen und Blut) empfehlen H. FORE und R. A. MORTON[3] folgende Modifikation des Verfahrens von E. KUN[4]. Das Gewebe wird in einem gereinigten Quarztiegel gewogen, zu konstantem Gewicht bei 110° C getrocknet und bei 650° C verascht. Den Rückstand dampft man im Wasserbad mit einer gemessenen Menge 16%iger Salzsäure ab, erwärmt dann 20—30 min mit Puffer von p_H 7,0 (s. u.) (etwa 2 ml für 50 μg Mangan) und füllt mit Wasser unter äußerster Vorsicht auf das $2^1/_2$fache Volumen des Puffers auf. Man setzt für je 3 Proben 1 Leerwert und 1 Standard an. Je 1 ml 0,01 m KJO_4-Lösung versetzt man mit 0,5 ml Diäthylanilinhydrochloridlösung (0,12 g Diäthylanilin + 1,4 Aeq. 0,1 n Salzsäure, Wasser auf 1 l), mischt mit der entsprechenden Probe und photometriert bei 470 mμ nach genau 60 sec. Man nimmt das Mittel aus je 3 Proben. Auf Temperaturkonstanz ist genauestens zu achten. Die Glasteile einschließlich Colorimeterzellen müssen peinlich gesäubert sein. Es kann bis zu 1 μg mit einem Fehler von $\pm$ 20% bestimmt werden. Die Werte in Quarztiegeln sind besser als in Platintiegeln. Schwermetalle stören nicht. — Der Puffer ist zusammengesetzt aus 40 ml Citratpuffer (111 g Citronensäure + 29 ml reinste konz. HCl auf 2,5 l), und 30 ml Boratpuffer (122 g Borsäure gelöst in 2,5 Aeq. 2 n NaOH-Lösung auf 2,5 l) und 30 ml H_2O.

K. HINSBERG.

Zur Bestimmung von Glucose im Blut empfiehlt A. S. MONGA[5] die Methode von G. J. SOLOMOS[6], die auf der Reduktion und Entfärbung einer $K_3Fe(CN)_6$-Lösung durch die Glucose beruht. Zur Einstellung der 0,2%igen $K_3Fe(CN)_6$-Lösung versetzt man 3 ml der Lösung mit 0,1 ml 4%iger Natronlauge, 2—3 ml Wasser und etwas Alkohol, erhitzt zum Sieden und titriert mit 0,5%iger Glucose-

[1] J. Amer. pharmac. Assoc., sci. Edit. **41**, 205 (1952). State Univ. of Jowa, Jowa City (USA).

[2] Vgl. A. HAUPTMANN: Klin. Wschr. **4**, 1629 (1925). — WUTH, O.: J. Amer. med. Assoc. **88**, 2013 (1927); vgl. auch WUTH, O., u. A. HENNICKE: Z. ges. Neurol. Psych. **145**, 72 (1933); vgl. diese Z. **99**, 238 (1934). — FRIEDMAN, M. M.: J. biol. Chemistry **144**, 519 (1942). — KATZENELBOGEN, S., u. T. CZARSKI: Proc. Soc. exp. Biol. Med. **32**, 136 (1934).

[3] Biochemic. J. **51**, 594 (1952). Biochem. Dep., Univ. Liverpool.

[4] J. biol. Chemistry **170**, 509 (1947).

[5] Rev. Asoc. méd. argent. **16**, 473 (1951).

[6] Bull. Soc. Chim. biol. **17**, 1465 (1935).

lösung bis zur Entfärbung. Die Glucosebestimmung im Blut erfolgt, indem man 2 ml Vollblut oder Plasma mit 4 ml Wasser und 2 ml 25%iger Trichloressigsäurelösung mischt und nach 5 min filtriert. Zu einer kochenden Mischung von 2 ml der eingestellten $K_3Fe(CN)_6$-Lösung, 1,5 ml 4%iger Natronlauge und 1—2 ml Wasser gibt man tropfenweise das Blutfiltrat bis zur Entfärbung.

IRMGARD SCHWEITZER.

Zur colorimetrischen Bestimmung von Benzolspuren in Blut hat L. TRUFFERT[1] die Methode von H. H. SCHRENK, S. J. PEARCE und W. P. YANT[2] dadurch verbessert, daß er die zum Ausblasen des Benzols aus dem Blut benutzte Luft vorher von etwa anwesenden Kohlenwasserstoffen reinigt und in der Nitriersäurevorlage durch Zusatz von Perhydrol störende Verfärbungen durch mitübergegangenen Octylalkohol(-Entschäumer) vermeidet. Zu einer Analyse verwendet man 10—20 ml Blut, versetzt es in einer Glasfrittenwaschflasche mit 0,5 ml einer 6—7%igen Suspension von Calciumstearat in Paraffinöl, gibt noch 2—3 Tropfen Octylalkohol hinzu und erwärmt auf 55° C. Dahintergeschaltet ist zur Absorption und Nitrierung des Benzols zum m-Dinitrobenzol eine Waschflasche mit Glasperlen und 2 ml Nitriersäure aus rauchender Salpetersäure (D 1,5) und konzentrierter Schwefelsäure (1:1). Bevor die Luft zum Blut gelangt, geht sie durch ein Rohr mit Aktivkohle und je eine Waschflasche mit Nitriersäure bzw. 40%iger Natronlauge. Man saugt 10 l Luft im Verlaufe von 2 Std durch die Apparatur, läßt $^1/_2$ Std stehen, versetzt die Nitriersäurevorlage mit 1 ml Perhydrol, läßt weiter über Nacht stehen, neutralisiert die Säure vorsichtig unter Kühlung mit 40%iger Natronlauge und schüttelt das Dinitrobenzol mit 10 ml Methyläthylketon aus. Die von der wäßrigen Salzlösung abgetrennte Ketonlösung versetzt man mit 1,5 ml 40%iger Natronlauge, schüttelt 2 min kräftig durch, läßt die farbige Verbindung von m-Dinitrobenzol und Methyläthylketon sich im Dunkeln während 2 Std entwickeln und colorimetriert. Zur Auswertung setzt man Standardproben mit bekannten Benzolmengen (2—15 μg) an.

F. NEUMANN.

Zur colorimetrischen Bestimmung von Polyvinylpyrrolidon (PVP) im Blut, Plasma und Urin verwendet F. P. CHINARD[3] die Reaktion mit Brillantvitalrot. Das Blut wird nach SOMOGYI enteiweißt und 0,5 bzw. 1 ml des Filtrates werden mit Wasser auf 1,5 ml ergänzt. Man gibt dasselbe Volumen m Phosphatpuffer (p_H 7) zu, dann 0,2 ml einer 0,5%igen Farbstofflösung mit 3 ml n-Butanol, schüttelt 15 min verschlossen, zentrifugiert sachte, pipettiert die wäßrige Phase in eine Colorimeterküvette und mißt die Extinktion bei 510 mμ. Die Extinktion ist bis 400 μg PVP linear; eiweißfreier Harn kann direkt verwendet werden. Bei hochmolekularen PVP-Präparaten ist die Reaktion nicht anwendbar.

K. HINSBERG.

Bestimmung der Lipoide im Blut. G. MONASTERIO und GIULIANA BERTI[4] haben einen Trennungsgang ausgearbeitet, der die Bestimmung der Glyceride, der Phosphatide und der Sterine — sowohl der freien als auch der veresterten — in 2,5 ml Blut gestattet. — *Analysengang.* In ein schwefelsaures Alkohol-Äthergemisch gibt man das Serum und zieht aus. Den eingeengten alkoholisch-ätherischen Extrakt schüttelt man mit Chloroform aus. Aus einem aliquoten eingeengten Teil der

---

[1] Ann. Falsificat. Fraudes **45**, 181 (1952).

[2] U.S. Bureau of Mines, Rept. Invest. 3287 (1935).

[3] J. Lab. clin. Med. **39**, 666 (1952). Johns Hopkins School of Medicine, Baltimore, Md. (USA).

[4] Laboratorio (Granada) **13**, 201 (1952). Univ. Pisa.

Chloroformlösung fällt man mit Aceton und Magnesiumchloridlösung die Phosphatide. Den eingeengten Extrakt verseift man mit alkoholischer Natronlauge, fällt mit Schwefelsäure die Fettsäuren, zieht aus der wäßrigen Lösung die Sterine mit Chloroform aus und bestimmt im wäßrigen Extrakt das Glycerin. Die nach der Verseifung gewonnenen Sterine werden bestimmt: 1. durch die photometrische Auswertung der LIEBERMANN-BURCHARDschen Reaktion. 2. durch die Digitoninfällung und anschließende oxydimetrische Bestimmung. Durch Digitoninfällung aus dem Rest des unverseiften Chloroformauszuges ergeben sich die freien Sterine. Die Phosphatide werden auch oxydimetrisch erfaßt. Der Analysengang, der in der Originalarbeit sehr ausführlich beschrieben ist, kann sowohl zur Bestimmung aller Bestandteile als auch einzelner Stoffe dienen.

Untersuchungen an gesunden, jungen Menschen ergaben folgende Durchschnittswerte für die Blutlipoide: Glyceride 90 mg%, Phosphatide 200 mg%, Gesamtsterine 170 mg%, β-Sterine mittels Digitoninfällung und oxydim. Bestimmung ermittelt 130 mg%, freie β-Sterine 55 mg%, gebundene β-Sterine 75 mg%, Sterine nach LIEBERMANN-BURCHARD ermittelt, abzüglich der β-Sterine 40 mg%, β-Sterine, die die LIEBERMANN-BURCHARD-Reaktion geben 110 mg%, β-Sterine, die keine LIEBERMANN-BURCHARD-Reaktion geben 20 mg%. IRMGARD SCHWEITZER.

Zur Mikrobestimmung von Sulfonamiden im Blut schlägt M. HERBAIN[1] als Kupplungskomponente p-Aminosalicylsäure (PAS) vor[2]. Dies hat den Vorteil, daß mit sehr kleinen Blutmengen gearbeitet werden kann und daß die Diazoverbindung von PAS sich bei alkalischer Reaktion spontan in das entsprechende Resorcinderivat verwandelt und der Überschuß an Nitrit nicht entfernt zu werden braucht. Man hamolysiert 0,1 ml Blut mit 1 ml Wasser, enteiweißt mit 0,4 ml 12%iger Trichloressigsäure, entnimmt vom Zentrifugat 1,2 ml, die mit 0,2 ml PAS-Lösung (0,1%ig) gemischt und 5 min auf 0° abgekuhlt werden. Dann säuert man mit 0,2 ml 7,5%iger Schwefelsäure an, gibt 0,2 ml 0,75%ige Natriumnitritlösung zu, wartet 3 min, alkalisiert mit 1,7 ml 10%iger Sodalösung und mißt die braune Farbe nach 15 min mit Filter 43. Die verschiedenen Sulfonamide benötigen eigene Eichkurven. Die Verfasser geben den Verlust bei Zusatzversuchen mit 5—7% an.

K. HINSBERG.

Zur Bestimmung der Arginaseaktivität in Gewebshomogenaten messen S. N. JYER und C. R. KRISHNA MURTI[3] den Argininschwund durch enzymatische Hydrolyse photometrisch unter Verwendung der Farbreaktion von SAKAGUCHI. 4,0 ml Argininlösung (250 μg Argininmonochlorhydrat/ml) 3,0 ml Glykokollpuffer p_H 9,6 und 3,0 ml Enzymlösung (1 g Gewebe zerrieben mit 5,0 ml destill. Wasser und 5,0 ml Phosphatpuffer p_H 7,0) werden zusammengegeben und bei 38° C inkubiert. In Abständen von 15 min wird 1,0 ml entnommen, durch 15 min langes Erhitzen im kochenden Wasserbad inaktiviert und mit destill. Wasser auf 10,0 ml verdünnt. 1,0 ml 10%ige KOH-Lösung und 2,0 ml 0,1%ige α-Naphthollösung in 50%igem Äthanol werden zugefügt. Nach dem Mischen gibt man 1,0 ml 5%ige Harnstofflösung und nach sorgfältigem Umschütteln 2,0 ml Bromlauge (2 g Brom in 100,0 ml 5%iger Kalilauge) zu. Man füllt auf 25,0 ml auf, läßt 15 min stehen und mißt bei 530 mμ (Grünfilter). Die Farbintensität nimmt im Bereich von 25—150 μg Arginin linear zu.

K. HINSBERG.

---

[1] Bull. Soc. Chim. biol. (Paris) **34**, 431 (1952). Services scientifiques Roussel-Uclaf.

[2] Vgl. M. PESEZ, Bull. Soc. Chim. biol. **33**, 195 (1951); vgl. diese Z. **135**, 389 (1952).

[3] Experientia (Basel) **8**, 308 (1952). C. Drug Res. Inst., Lucknow, Indien.

5. Auf gerichtliche Chemie bezügliche Methoden.

Barbituratnachweis in der forensischen Praxis. H. J. Goldbach und R. Opfer-Schaum[1] betonen zu dieser Frage gegenüber einer Veröffentlichung von W. Paulus[2], daß zur Reinigung von Barbitursäure, die aus Extrakten stammt, die Sublimation im geschlossenen Raum (Hohlschliffobjektträger) sehr vorteilhaft ist. Zur Entfernung von Verunreinigungen vor der Sublimation ist das Extraktionsverfahren nach P. Valov[3] zu empfehlen. Bei Bewertung der Mikroschmelzpunkte ist zu beachten, daß einige Barbitursäuren bei der Mikrosublimation in verschiedenen Modifikationen auftreten können. — W. Paulus[4] nimmt in einer Erwiderung zu den Bemerkungen von Goldbach und Opfer-Schaum Stellung. K. Hinsberg.

Der Nachweis von Barbitalen bei Schlafmittelvergiftungen nach der von W. Lang und Stephan[5] angegebenen Methode über die *komplexen Schwermetalljodide* ist, wie H. Kaiser und W. Lang[6] an zwei Beispielen zeigen, entgegen der Annahme von H. J. Goldbach und R. Opfer-Schaum[7] durchaus zuverlässig. In einem Fall kam Urin nach einer tödlich verlaufenen Luminalvergiftung zur Untersuchung. Der Ätherextrakt hinterließ beim Abdampfen einen schmierigen Rückstand, der die Kobaltreaktion und die Reaktion mit Eisenjodidkomplex-Reagens unsicher zeigte. Nach Reinigung der ätherischen Lösung des Rückstandes mit Kohle ergaben sich bereits Kristalle mit dem Komplexreagens, die durch fraktionierte Mikrosublimation auf dem Kofler-Block gereinigt wurden und dann eindeutig die Mikrokristallreaktion gaben. Im zweiten Fall wurde eine Vergiftung durch Cyclopentenylallylbarbitursäure trotz erschwerender Bedingungen mit den komplexen Eisen- und Kupferjodidreagenzien sicher erkannt. H. Zellner.

Zum toxikologischen Nachweis von Cyclopal (Cyclopentenylallylbarbitursäure) und Medomin (Cycloheptenyläthylbarbitursäure) teilen H. Kaiser und W. Lang[8] einige Beobachtungen mit. Als Untersuchungsmaterial empfiehlt sich Magenspülflüssigkeit bzw. Erbrochenes, da diese Barbiturate wegen ihres schnellen Abbaus in den Körperausscheidungen kaum unverändert aufzufinden sind. Beide Substanzen geben positive Barbituratreaktionen (hellvioletter Niederschlag mit Kupfer-Pyridin-Reagens und Blaufärbung bei der Kobaltreaktion). Die Identifizierung sehr kleiner Mengen geschieht am besten über die Schwermetalljodidkomplexe[9] (Mikrophotos im Original). Auf dem Kofler-Block schmilzt Cyclopal bei 138 bis 140° C, Medomin bei 173—174° C. Die Schmelzpunkte der Dixanthylverbindungen betragen bei Cyclopal 234—236° C, bei Medomin 208—210° C. Herstellung der Dixanthylverbindungen: Eine kleine Menge der Substanz wird mit der doppelten Menge Xanthydrol und etwa 0,5 ml Eisessig bis zum schwachen Sieden erhitzt, der nach längerem Stehen entstandene Niederschlag abgesaugt, mit reichlich siedendem Alkohol gewaschen und aus heißem Benzol umkristallisiert. H. Sperlich.

[1] Mikrochem verein. Mikrochim. Acta **39**, 263 (1952). Univ. Marburg/Lahn.

[2] Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta **38**, 566 (1951). vgl; diese Z. **137**, 464 (1952/53).

[3] Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **18**, 456 (1946).

[4] Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta (Wien) **39**, 266 (1952). Univ. Bonn.

[5] Süddtsch. Apotheker-Ztg. **90**, 739 (1950).

[6] Pharmaz. Zentralhalle Deutschland **91**, 281 (1952). Katharinenhospital-Apotheke, Stuttgart.

[7] Dtsch. Apotheker-Ztg. **91**, 95 (1951).

[8] Dtsch. Apotheker-Ztg. **92**, 428 (1952). Lab. Katharinen-Hosp.-Apotheke, Stuttgart.

[9] Lüdy-Tenger: Pharmac. Act. Helvetiae **1944**, 385. — W. Lang u. Stephan: Süddtsch. Apotheker-Ztg. **90**, 739 (1950).

Namen- und Sachverzeichnis zum 139. Band.

Namenverzeichnis.

([Or] bedeutet Originalabhandlung, [L] Literaturbesprechung)

Abarbarčuk, I. L., siehe Delimarskij, Ju. K.

Abbatt, J. D., siehe Schwiegk, H.

Abrahamczik, E. Spurenanalyse von Wässern 241.

Ackermann, H., siehe Schwarzenbach, G.

Adam, J. A., Booth, E., und Strickland, J. D. H. Bestimmung von Mikrogrammen Beryllium mittels Acetylaceton 46.

Adams, S. R., siehe Shaw, R. F.

Agiza, A. H., siehe Smith, A. M.

Agner, K. Gewinnung von Katalase aus Pferdeleber 268.

Akiya, Sh., und Tanimura, A. Bestimmung von Kohlenoxydhämoglobin 460.

Akizuki, T., siehe Gotô, H.

Albon, N., und Gross, D. Chromatographische Bestimmung von Raffinose in Rohzucker 209. — Herstellung einwandfrei reproduzierbarer Flecken in der Papierchromatographie 209. — Siehe auch de Whalley, H, C. S.

Aldrovandi, R., und de Lorenzi, F. Jodometrische Schnellmethode zur N-Bestimmung in funktionellen Gruppen 134.

Alekseeva, A. I., und Najmark, L. E. Spektrographische Bestimmung von Cadmium, Blei und Kupfer in metallischem Zink 109.

d'Alessio de Carnevale Bonino, R. C. Nachweis von Salpetrigsäure- und Salpetersäureestern 456.

Alexander, B. H., siehe Mehltretter C. L.

Alexejew, R. J. Nachweis von Benzidin durch Farbreaktion 81.

Alicino, J. F. Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid 70.

Allen, W. F., und Beamish, F. E. Bleientfernung aus Iridium- und Rhodiumlegierungen 442.

Mc Allister, R. A. Colorimetrische Bestimmung von Merpactoimidazolen 313.

Mc Allister, R. A., und Howells, K. W. Bestimmung von Methylthiouracil und Propylthiouracil 390.

Allouf, R., und Macheboeuf, M. Papierchromatographie mit zwei gleichzeitig wirkenden mobilen Phasen 210.

Alperowicz, L., siehe Kirsten, W.

Alten, F., Wandrowski, B., und Knippenberg, E. Bestimmung von Humus mittels Kaliumdichromat 384.

Alten, F., Weiland, B., und Knippenberg, E. Colorimetrische Bestimmung von Aluminium 173.

Aluise, V. A., Hall, R. T., Staats, F. C., und Becker, W. W. Einhaltung konstanter Temperatur bei elektrischen Öfen 289.

Amende, J., siehe Arndt, F.

Amer. Soc. Testing Materials (A.S.T.M.) Untersuchungsmethoden für Kautschuk 58, 60.

Amos, M. D., siehe Kew, O. J.

Anastasi, A., Mecarelli, E., und Novacic, L. Argento-elektrische Bestimmung von Tri-(diäthylaminoäthoxy)-1,2,3-benzoltrijodäthylat 393.

Anders, G,. siehe Heyns, K.

Anderson, R. C., siehe Foley, R. T.

Anderson, R. E., siehe Meinke, W. W.

Andersson, K. G. K. Colorimetrische Bestimmung von Magnesium in Zement 57.

Andrews, J., siehe Scholander, P. F.

Andrews, L. W. Maßanalytische Bestimmung von Sulfat 412.

Appleman, D. Manometrische Bestimmung der Katalaseaktivität 160.

Archibald, A. K., und Mc Leod, M. E. Bestimmung von Natriumoxyd in Aluminiumoxyd 374.

Archibald, R. M. Colorimetrische Bestimmung von Harnstoff 74.

Ard, J. S. Bestimmung von Chlordan 309.

van Arkel, C. G., und Kroonenberg, J. Anwendung der Säure-Base-Titration auf pharmazeutische Zubereitungen 121.

van Arkel, C. G., und Wuite, A. Acidimetrische Bestimmung einiger Sulfonamide 72.

Armstrong, A. W. Bestimmung von Kaliumbromat in Mehl 294.

Arndt, F., und Amende, J. Methylierung von organischen Farbstoffen 30.

Arnold, A., Madorsky, J., und Wood, L. A. Bestimmung des Brechungsindexes von synthetischem Kautschuk 60.

Arnon, D., siehe Golston, A. W.

Arreghini, E., und Songa, T. Spektrale Nachweisempfindlichkeit von Verunreinigungen des Bleies 366.

Ashenbrucker, H., siehe Gubler, C. J.

Askew, H. O., siehe Kidson, E. B.

Asmus, E. Filterfehler bei photometrischen Messungen 83.

Asmus, E., und Garschagen, H. Über die photometrische Bestimmung von Pyridin in Wasser und Ammoniaklösungen 81 [Or].

Astwood, E. B., Raben, M. S., Payne, R. W., und Grady, A. B. Anwendung der Oxycellulose-Technik zur Bestimmung von Hormon (ACTH) im Blut 79.

Atkinson, R. H., Steigmann, J., und Hiskey, C. F. Trennungsverfahren von Niobium und Tantal durch Chlorierung 51.

Audrieth, L. F., siehe Butler, M. J.

Auerbach, C., siehe Kolthoff, I. M.

Auger, V., und Gabillon, M. Reduktion von Sulfat- zu Sulfid-Ion 197.

Averell, P. R., und Norris, M. V. Bestimmung von Parathion 309.

Ayres, G. H., und Berg, E. W. Spektrochemische Verfahren zur Bestimmung von Platinmetallen 367.

Ayres, G. H., und Tuffly, B. L. Spektrophotometrische Bestimmung von Palladium 440. — Siehe auch Willard, H. H.

Babko, A. K. Farbkomplexbildung von Molybdän mittels Dithionit 427.

Babko, A. K., und Romanišina, E. V. Bestimmung der Alkalimetalle in Silikaten 302.

Bach, A. Gewinnung von Katalase aus Hefe 268.

Bagnall, H. H., und Stock, F. G. Bestimmung des Gehaltes an Vitamin A in Fischleberölen 320.

Bailes, E. L., und Payne, M. G. Bestimmung von DDT 309.

Bailey, O. W., siehe van Meter, R.

Bailey, S. D., Geary, P. A., und de Wald, A. E. Physikalische Kennzeichnung von Khellin, Visnagin und Khellinin 69. — Siehe auch Burke, M. M.

Baker, C. J. L. Bestimmung von Oxalaten in frischen Pflanzen 381.

Baldassi, K., siehe Picotti, M.

Ball, Ch. D., siehe Waghorne, D.

Ball, J. S., und van Meter, R. Stickstoffbestimmung in Petroleum und Schieferölen 63.

Ballczo, H. Anwendung der Kombinationstitration zur Halogenbestimmung 235. — Steigerung der Genauigkeit in der Maßanalyse durch Doppeltitration 451.

Ballczo, H., und Kaufmann, O. Bestimmung des Fluorgehaltes gesunder und kranker Rinderzähne und Kieferknochen 72. — Mikroanalytische Fluorbestimmung 456.

Ballczo, H., Kaufmann, O., und Bittner, L. Bestimmung von Fluor in Heuproben aus rauchgasgeschädigten Gebieten 456.

Ballczo, H., und Mondl, G. Bestimmung der Halogene in Mineralwässern an Austauschersäulen mit Silbersalzen 235.

Ballczo, H., und Muthenthaller, H. Bestimmung von Strontium in Mineralwässern 451.

Ballczo, H., und Sinabell, J. Doppeltitration mit Natriumtetraborat auf Strontium 451.

Balls, A. R., und Hale, W. S. Bestimmung von Peroxydase 352.

Baltes, J., siehe Kaufmann, H. P.

Bandelin, F. J., siehe Pankratz, R. E.

Bansi, H. W., siehe Schwiegk, H.

Barbieri, G. A. Anodische Oxydation von Silbernitratlösung 47.

Barcia-Goyanes, C., siehe Govaerts, J.

Barefoot, R. R., und Beamish, F. E. Bestimmung von Iridium auf dokimastischem Wege 441.

Barefoot, R. R., Mc Donnell, W. J., und Beamish, F. E. Bestimmung von Iridium 442.

Barta, L. Nachweis von β-Naphthylamin durch Farbreaktion 81.

Bass, R., siehe Steyermark, A.

Bastick, M. Sauerstoffbestimmung in Kohlen 379.

Battelli, H., und Stern, K. Gewinnung von Katalase aus Pferdeleber 268.

Battey, H. B., siehe Schulman, J. H.

Bauer, R., siehe Wiberg, E.

Baumann, C. A., siehe Swick, R. W.

Baumann, J. Bestimmung der Enzymaktivität 35.

Bawden, A. T., siehe Foulk, C. W.

Mc Bay, A. J., siehe Webb, J. W.

Beamish, F. E., siehe Allen, W. F., sowie Barefoot, R. R.

Beck, G. Bestimmung von Glucose in Blut und Harn durch percuprimetrische Titration 123. — Oxydativer Abbau von Proteinen 124. — Percuprimetrische Titration von normalem und pathologischem Eiweiß 124.

Becker, J., siehe Schwiegk, H.

Becker, W. W., siehe Aluise, V. A.

Beeson, K. C. Bestimmung von Kobalt und Kupfer in Pflanzen 380.

Beinert, siehe Kuhn, R.

Bekkedahl, N., siehe Fanning, R. J.

Belcher, R., Caldas, E. F., und Clark, S. J. Bestimmung von Fluor in organischen Substanzen 291.

Bell, R. N. Analyse von Phosphaten 360.

Bendich, A., Kabat, E. A., und Bezer, A. E. Fehlerquellen bei der Bestimmung von Glucosamin in Eiweißgegenwart 76.

Benedetti-Pichler, A. Mikrobürette 223.

Benevolenskaja, Ju. A., siehe Finkelštejn, D. N.

Benk, E. Nachweis von Polyäthylenglykolen 375.

Benne, E. J., siehe Heinen, E. J.

Berg, E. W., siehe Ayres, G. H.

Berger, H., siehe Saifer, A.

Berk, A. A., siehe Hopps, G. L.

Bermejo-Martínez, F., Prieto-Bonza, A., und Flores-de Ligondés, J. Molybdännachweis bei Anwesenheit von Fluorid 439.

Bersin, Th., siehe Schwiegk, H.

Berti, G., siehe Monasterio, G.

Bertiaux, L., siehe Lassieur, A.

Besson, J. Berylliumbestimmung in Zinnlegierungen 151. — Bestimmung von Zinn in siliciumhaltigen Bronzen 150.

Betzel, C., siehe Horner, L.

Bévillard, P. Acidimetrische Bestimmung von Germanium sowie von o-Diphenolen 217. — Siehe auch Tchakirian, A.

Bezer, A. E., siehe Bendich, A.

Bézier, D. Nachweis von Zinn (II) 371.

Bezjajko, S. M., siehe Ivanov, B. G.

Bhattacharya, R. N., und Ganguly, A. K. Spektrophotometrische Bestimmung von Strychnin und Brucin nebeneinander 317.

Biale, J. B., siehe Young, R. E.

Biava, F. P., siehe Steyermark, A.

Bickerdike, E. L., und Willard, H. H. Fällung von Nickel mit Dimethylglyoxim aus homogener Lösung 46.

Bickford, W. G., siehe Suarez, C.

Bidstrup, P. L., siehe Harvey, D. G.

Biedermann, W., und Schwarzenbach, Anwendung der Komplexone in der Analyse 15.

Biggs, A. I. Spektrophotometrischer Nachweis und Bestimmung von Novocainhydrochlorid (Procainhydrochlorid) 389.

Biggs, D. A., siehe Mac Dougall, D.

Billon, H., siehe Schwiegk, H.

Birdsall, C. M., Jenkins, A. C., und Spadinger, E. Jodometrische Bestimmung von Ozon in Sauerstoff 125.

Bittner, L., siehe Balloczo, H.

Björkman, A. Gaspipette zur Äthylenbestimmung durch Bromierung 225.

Black, R. M. Bestimmung von Cadmium in Kabelschutzlegierungen 237.

Blackburn, D. W., und Christian, J. E. Amperometrische Bestimmung von Wismut 279.

Blaedel, W. J., und Malmstadt, H. V. Differentialfrequenzmesser für Hochfrequenztitrationen 42, 43.

Blau, M., siehe Sobel, A. E.

Blumenthal, H. Antimontrennung durch Adsorption an manganiger Säure 221.

Bode, H. Zur indirekten Analyse dreikomponentiger Systeme 101 [Or] .

Böhme, H., und Opfer, H. Zur Identifizierung von Glykolen und Glykolderivaten 255 [Or].

Boekhoff, K., siehe Diemair, W.

Boelhouwer, C., van Riemsdijk, A. J., van Steenis, J., und Waterman, H. I. Chromatographische Analyse von Mineralölen 118.

Bölsing, F., siehe Verley, A.

Boelter, E. D., Putnam, G. L., und Lash, E. J. Bestimmung von Ozon durch Jodometrie 125.

Bönicke, R. Wachstumshemmende Wirkung des Isonicotinsäurehydrazids 71.

den Boer, D. H. W., und Borg, W. A. J. Massenspektrometrische Bestimmung von Deuterium in organischen Verbindungen 209.

Boer, H. Gerät zur Herstellung eines konstanten Ozonstromes 138.

Boer, H., und Kooyman, E. C. Titration olefinischer Doppelbindungen mit Ozon 138.

Bogan, E. J., und Moyer, H. V. Agar-Agar zur Kristallvergrößerung bei der Sulfatfällung 53.

Bogan, S., Meites, L., Peters, E., und Sturtevant, J. M. Millicoulometer 430.

Bogatkov, P. I. Bestimmung von gelbem Phosphor in rotem Phosphor 296.

Boltz, D. F., siehe Hines, E., sowie Telep, G.

Bompiani, A., siehe de Lerma, B.

Bond, C. R. Bestimmung von Penicillin mittels der Plattenmethode 320.

Bondareva, T. N., siehe Syrokomskij, V. S.

Bondarevskaja, E. A., siehe Valdman, V. L.

Bongartz, J. Reduktion von Chinon mittels Thioglykolsäure 264.

Bonnafous, L. Bestimmung von Cu in Eisen-Titanlegierungen 148.

Bonnichsen, R. K., siehe Golston, A. W.

Bonow, E. R., siehe Higuchi, T.

Booth, E., siehe Adam, J. A.

Booth, M. H., siehe Simonsen, S. H.

Booth, V. H. Bestimmung von Carotin in Pflanzen 383.

Borel, E., Hostettler, F., und Deuel, H. Colorimetrische Zuckerbestimmung 53.

Borenfreund, E., siehe Dische, Z.

Borg, W. A. J., siehe den Boer, D. H. W.

Borzov, V. P., und Sventickij, N. S. Spektralanalyse von Aluminiumlegierungen 110.

Bosson, G., Gutmann, F., und Simmons, L. M. Beziehung zwischen Widerstand und Temperatur eines Thermistors 370.

Bot, G., siehe Lutter, B. F.

Botellier, H. P., Holter, H., und Lindstrøm-Lang, K. Abänderung des Kjeldahl-Verfahrens 133.

Bougault, P. Bestimmung von p-Oxybenzoesäureestern 387.

Bourdon, D. Alkalitätsmessungen in der Pflanzenasche 380. — Bestimmung von kleinen Mengen Magnesium durch Titration 216.

Boyle, A. J., siehe Smith, R. G., sowie Zak, B.

Bozzi-Tichadou, M., siehe Dumazert, Ch.

Bradshaw, G., siehe Mayer, A.

Brandt, R. A., siehe Gordon, L.

Brasted, R. C. Jodometrische Bestimmung von Kupfer neben Eisen 126.

Brattain, B. B., Rasmussen, R. S., und Cravath, A. M. Graphische Näherungsmethode zur Berechnung von Colorimetrierungen 398.

Brauer, G. Handbuch der präparativen anorganischen Chemie 107 [L].

Braun, L., siehe Kuhn, R.

Bray, B. M. Bestimmung der 17-Ketosteroide 400.

Brecht, E. A., siehe Cooper, B. F.

Bretschneider, G., siehe Geilmann, W.

Brewer, P. I. Bestimmung von Beryllium in Beryll 297.

Bricker, C. E., und Lee, J. K. Bestimmung von Äthylenglykol in Procain-Penicillin 392. — Siehe auch Eisenmann, W., sowie Vail, W. A.

Bridges, R. G., siehe Winteringham, F. W. P.

Briefs, H. Trennung von V und Fe mittels Alkalien 253.

Brimley, R. C., siehe Partridge, S. M.

Brintzinger, H., und Oschatz, F. Verwendung von Chrom(II)-chlorid zur Titration 222.

Britske, E. V., und Dragunow, S. S. Bestimmung von Pyrophosphat 359.

Brochmann-Hanssen, E., und Pong, Ph. Haltbarkeit des Karl-Fischer-Reagenses 369.

Brodersen-Kirchübel, G., siehe Valentin, J.

Brodie, E. C., siehe van Meter, R.

Broeksmit, T. C. N., und Rupp, E. Zinnbestimmung 151.

Brooke, M. Bestimmung von Cyanid im Waschwasser von Gasölcrackungsprodukten 305.

Brotz, W., siehe Raff, P.

Brouns, R. J., siehe Miller, H. W.

Brown, E. G. Bestimmung von Schwefelkohlenstoff als Kupfer(II)-diäthyldithiocarbaminat 53. — Nachweis langkettiger Alkylpyridiniumhalogenide in Waschmitteln 377.

Brown, F., und Graham, J. Nachweis von Cyanwasserstoff 48.

Browne, J. S. L., siehe Maughan, G. B.

Bruce, J., und Mackay, R. Photometrische Bestimmung von Dinitro-o-kresol in biologischem Material 157.

Brucelle, G. Veränderung des I. V. von Linienpaaren bei Vergrößerung von Kapazität, Erhöhung der Ladespannung sowie der Selbstinduktion 364.

Bruel, D., Holter und Lindstrøm-Lang, K. Abänderung des Kjeldahl-Verfahrens 133.

Brukl, A., siehe Moser, L.

Brumblay, R. U. Spektrophotometrische Bestimmung von Quecksilber 128.

Bruno, A. Volumetrische Schnellbestimmung von Gesamtfettsäuren in Seifen 452.

Brustier, V., Cornec, P., und Triche, H. Spektrographische Bestimmung von Blei in Blut 366.

Bryant, E. Prüfung auf Flavonglucoside bzw. Flavon 96.

Buchan, J. L., und Savage, R. I. Bestimmung des Maltosegehaltes in konvertierter Stärke 211.

Buck, R. R., siehe Mader, W. J.

Budowski, P., O'Connor, R. T., und Field, E. T. Bestimmung von Sesamin 154.

Bückert, H. Bedeutung moderner starker Anregungsgeräte in der Spektralanalyse 363.

Bueding, E., siehe Lipschitz, W. L.

Bürger, K. Prüfung auf Ranzigkeit mittels „Ranzol" 448.

Bumstead, H. E., und Wells, J. C. Spektrophotometrische Bestimmung von Fluor 222.

Bunker, J. P., siehe Kinoshita, J. H.

Bunsen, R., und Mohr, Reduktion von 5wertigem Vanadium 250.

Burke, M. M., Flanagan, T. L., Young, R. L., Bailey, S. D., und Heming, A. E. Polarographische Bestimmung von Khellin in Blutserum 70. — Siehe auch Ellenbogen, W. C.

Burma, D. P. Chromatographische Trennung von Lithium-, Natrium- und Kaliumhydroxyd durch Säulenchromatographie 283.

Burstall, F. H., und Wells, R. A. Vorbehandlung von chromatographischen Säulen mittels Silicon 117.

Burt, J. B., siehe Varma, K. C.

Butler, A. M., siehe Talbot, N. B.

Butler, M. J., Smith, G. F., und Audrieth, L. F. Amidosulfonsäure als Urtitersubstanz 285.

Butt, W. R., Morris, P., Morris, C. J. O. R., und Williams, D. C. Bestimmung der 17-Ketosteroide 400.

Caldas, E. F., siehe Belcher, R.

Caley, E. R. Ermittlung der Zusammensetzung von antiken, metallischen Gegenständen 286.

Callow, N. H., Callow, R. K., Emmens, C. W. Reinigungsvorschrift für Dinitrobenzol 77.

Callow, R. K., siehe Callow, N. H.

Campagne, E. Reduktion von 5wertigem Vanadium zu vierwertigem 250.

Canbäck, T. Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid 397.

Cannon, W. A., und Jackson, L. C. Bestimmung von 1,2-Propylenglykol in Äthylenglykol 442.

Caron, M., siehe Cristol, P.

Carpena, O., siehe Sierra, F.

Carr, J. S., siehe Gaudin, A. M.

Carrière, E., und Guiter, H. Abscheidung von Silbermetavanadat 280.

Carter, C. E. Papierchromatographie mit zwei mobilen Phasen 210.

Mc Carthy, R., und Moore, C. E. Bestimmung von freiem Kohlenstoff in atmosphärischem Staub 371.

Cartwright, G. E., siehe Gubler, C. J.

Casini, A. Bestimmungsmethoden für Phenacetin 68.

Castillo, J. C., siehe Stiff, H. A.

Cavallini, D., Frontali, N., und Toschi, G. Chromatographische Bestimmung von α-Ketosäuren in Form von 2,4-Dinitrophenylhydrazonen 212.

Cavell, A. J. Geschichtliche Entwicklung der Flammenphotometrie, Flammenphotometer 202.

Cellulose Chemistry Committee, Acetylbestimmung in Celluloseacetat 67.

Černobrov, S. M., und Švarc, D. M. Spektralanalytische Bestimmung von Nickel in Kobalt 111.

Černyj, A. T., und Podojnikova, K. V. Bestimmung von metallischem Eisen in Eisenerzen 300. — Bestimmung verschiedener Arten des Schwefels in Gesteinen und Erzen 298. — Rationelle Analyse von Nickelerzen 300.

Chain, E. B., siehe Pirt, S. J.

Chakrabartty, B., siehe Gupta, J.

Chalmers, R. A., siehe Miller, Ch. C.

Chaney, A. L. Bestimmung von Jod in Serum 72.

Chapman, G., siehe Giblin, J. C.

Charitonova, M. V. Manganbestimmung in Gußeisen und Stahl 145.

Chataignier, siehe Lassieur, A.

Chebiniak, P., siehe Pepkowitz, L. P.

Chen jr., P. S., siehe Toribara, T. Y.

Chéramy, P., siehe Fabre, R.

Chinard, F. P. Colorimetrische Bestimmung von Polyvinylpyrrolidon im Blut, Plasma und Harn 462.

Christian, J. E., siehe Blackburn, D. W.

Christo, E., siehe Zygmuntowicz, A. S.

Christow, St. Störung der Bariumchromatfällung zur Sulfatbestimmung durch höhere Salzkonzentration 419.

Ciocalteu, V., siehe Folin, O.

Claff, L. C., siehe Scholander, P. F.

La Clair, J. B. Analyse von Warfarin 66. — Spektrophotometrische Analyse von technischem Pentachlorphenol 65.

St. Clair Gantz, E., siehe Whitnack, G. C.

Clark, F. E., siehe Gowans, W. J.

Clark, J., und Stross, W. Qualitative und halbquantitative Tüpfelreaktion auf Zinn in Magnesium- und Aluminiumlegierungen 371.

Clark, S. J., siehe Belcher, R.

Clayborn, H. V. Bestimmung von DDT 309.

Clements, J. E., und Harrow, L. S. Bestimmung von Diphenylamin in Farbstoffauszügen 154.

Mc Clendon, J. F. Bestimmung von Fettsäuren 73.

Clevenger, J. F. Volumetrische Bestimmung ätherischer Öle 395.

Cocking, T. T., und Hymas, F. C. Nachweis von Ascaridol 394.

Cohen, A. Bestimmung von Metallen durch Elektrolyse 15.

Cole, J. O., und Parks, C. R. Elementaranalyse von Stickstoffverbindungen 290.

Collée, R., siehe Frenay, E.

Collins, G. C., und Polkinhorne, H. Flammenphotometrische Bestimmung von Na und K; Flammenphotometer 203.

Mc Comas jr., W. H., siehe Seaman, W.

Mc Connel, W. B. Bestimmung von Aminosäuren mit Hilfe von Ninhydrin 141.

O'Connor, R. T., siehe Budowski, P., sowie Suarez, C.

Conrad, F. H., Flint, M. C., Meyer, R. H., und Sjoberg, J. W. Feststellung der Zusammensetzung des ternären Systems Methanol-Äthylenglykol-Wasser mittels Dreieckdiagramms 287.

Contzen, J., siehe Popp, M.

Conway, J. G., und Moore, M. F. Spektrographische Analyse von stark radioaktivem α-strahlendem Material 368.

Cook, E. R. Bestimmung der 17-Ketosteroide im Harn 77.

Cook, M. H., siehe Free, A. H.

Cooke, W. D., Reilley, C. N., und Furman, N. H. Coulometrische Titration von Ultramikromengen Mangan 430.

Cooper, B. F., und Brecht, E. A. Wertbestimmung aromatischer Wässer 395.

Cooper, J. R., siehe Udenfriend, S.

Cooter, I. L., siehe Taylor, J. K.

Coppins, W. C., und Price, J. W. Bestimmung von Arsen und Antimon in Zinn 239.

Corcoran, G. B., siehe Higuchi, T.

Mc Cormack, R. B., siehe Kowald, I. A.

Cornec, P., siehe Brustier, V.

Cotta-Ramusino, F., und Monacelli, R. Bestimmung von Novocain und seinen Hydrolyseprodukten 389.

Coursier, J. Zusammenhang der Potentialeinstellung bei potentiometrischen Titrationen mit den Polarisationskurven der Depolarisatoren 114.

Courtois, J., siehe Fleury, P., sowie Postic, F.

Cravath, A. M., siehe Brattain, B. B.

Crawford, F. W., siehe Miller, E. C.

Cremer, H. D., siehe Schwiegk, H.

Crismer, R., siehe Florkin, M.

Cristol, P., und Caron, M. Fehlerquelle bei der Mikrobestimmung von Kalium in biologischen Flüssigkeiten 319.

Mc Crumb, F. R., und Kenny, W. R. Bestimmung von Sauerstoff in Wasser mittels der Tolidin-Mangan(II)-Methode 181.

Csendes, E., siehe Weygand, F.

Čujko, V. T., und Ščelkanovceva, A. Ja. Bestimmung von Kupfer in Zink 239.

Cundiff, R. H., und Riddick, J. A. Bestimmung flüchtiger Amine in Cholinsalzen 375.

Mc Curdy jr., W. H., siehe Smith, G. F.

Mc Cutchan, Ph., siehe Lake, G. R., sowie Moore, R. T.

Cutolo, A. Reaktion von Natriumchlorid mit K-Dihydrogenphosphat in Brotasche 445.

Cyb, P. P. Elektrolytische Trennung des Zinks von Kobalt mit der Quecksilberelektrode 126.

Czarski, T., siehe Katzenelbogen, S.

Dacenko, O. V. Manganbestimmung nach der Persulfatmethode 130.

Dalhamn, T. Bestimmung von Kohlenoxyd in Blut 459.

Dalma, G., und Garzon, E. T. Bestimmung von γ-Hexachlorcyclohexan 309.

Dal Nogare, siehe Nogare, dal, St.

Damgaard, E., siehe Ungar, G.

Davis, W. B. Bestimmung von Peroxydase 352.

Degner, E. F., und Johnson, L. T. Colorimetrische Bestimmung von Phenacetin 68.

Delahay, P. Stabilitätsbereich von Oxydationsstufen bei der Elektrolyse 431. — Verhältnis zwischen Diffusions- und Spitzenstromstärke an der Hg-Tropfelektrode 204.

Delimarskij, Ju. K., und Abarbarčuk, I. L. Polarographische Bestimmung von AgCl, $CoCl_2$ und $AsBr_3$ in wasserfreiem Pyridin 114.

Derx, H. G. Bestimmung von Peroxydase 352.

Desha, L. J., Sherrill, R. E., und Harrison, L. M. Fluorescenz von Naphtholen und deren Derivaten 264.

Dessy, R., siehe Freiser, H.

Deuel, H., siehe Borel, E.

Dewald, W., und Schmidt, H. Ergänzung zu der Arbeit: Beiträge zur analytischen Bestimmung der verschiedenen Phosphate nebeneinander I. Vorschlag zur Verbesserung der Pyrophosphatbestimmung nach Britske-Dragunow 359 [Or]. — Siehe auch Schmidt, H.

Dewey, D. W., siehe Marston, H. R.

Dickman, Sh. R. Photometrische Bestimmung von cis-Aconitsäure 443.

Diehl, H., siehe Smith, G. F.

Diemair, W., und Boekhoff, K. Künstliche Farbstoffe und Fermentreaktionen. 3. Mitteilung: Ihr Einfluß auf die Pepsin- und Magensaftwirkung 25 [Or]. — 4. Mitteilung: Ihr Einfluß auf Trypsin und Duodenalsaft 35 [Or]. — 5. Mitteilung: Der Einfluß auf die Katalase 267 [Or]. — 6. Mitteilung: Der Einfluß auf die Peroxydase (Kartoffelpreßsaft) 352 [Or].

Diemair, W., und Häusser, H. Einwirkung künstlicher Farbstoffe auf Fermente 25, 28, 35, 352.

Diemair, W., und Zerban, K. Bestimmung von Katalase durch gasvolumetrische Messung 268.

Dische, Z. Reaktion von Cystein-Schwefelsäure auf Methylpentosen 54. — Reaktion von Diphenylamin auf Zucker 54.

Dische, Z., und Borenfreund, E Spektrophotometrisches Verfahren zum Nachweis und zur Bestimmung von Ketozucker und Triosen 54.

Dische, Z., und Shettles, L. B. Nachweis von Methylpentose in Polysacchariden 54.

Disse, W., siehe Franzen, F.

Dju, M. Y., siehe Quaife, L.

Dodson, R. W., Forney, G. E., und Swift, E. H. Extraktion von Metallchloriden mittels Äthyläther 425.

Dogson, K. S., Garton, G. A., Stubbs, A. L., und Williams, R. T. Naphthoresorcinreaktion auf Glucuronide 343.

Domart, C. Bestimmung von Tocopherol 398.

Mc Donnell, W. J., siehe Barefoot, R. R.

Mac Dougall, D., und Biggs, D. A. Bestimmung von Bor in Pflanzengeweben 381.

Dowler, M. W., und Laughland, D. H. Säulenchromatographische Abtrennung von Verunreinigungen zwecks spektrophotometrischer Bestimmung von Vitamin A in Fischölen 119.

Doyle, W. L., und Omoto, H. Ultramikrobestimmung von Stickstoff in Gewebeschnitten 133.

Dragunow, S. S., siehe Britske, E. V.

Drahowzal, F., und Klamann, D. Bestimmung von organischen Säurechloriden durch Titration mit Silbernitratlösung 137.

Drapkina, D. A., siehe Kuznecov, V. J.

Drekter, I. J., siehe Sobel, A. E.

Družinin, F. G., siehe Granovskij, I. V.

Dubský, J. V., und Okáč, A. Nachweis von Nitrit durch Farbstoffbildung 89.

Dubský, J. V., Trtílek, J., und Okáč, A. Nachweis von Nitrit durch

Kondensationsreaktion mit Chrysean 89.

Duchateau, G., siehe Florkin, M.

Duke, F. R., und Smith, G. F. Nachweis von Alkoholen 225.

Dumazert, Ch., und Bozzi-Tichadou, M. Bestimmung von Casein in Kuhmilch 232.

Dunn, M. S., siehe Rockland, L. B.

Dusenberry, J. E., siehe Small, L. D.

Eberhard, R., siehe Fleury, P.

Eberhard, W., siehe Seitz, W.

Eberstadt, O. Acetylbestimmung bei Celluloseestern 67.

Ebert, M., siehe Schwiegk, H.

Eder, A. Titration von Vanadium neben Eisen 251.

Edwards, G. R., Ewers, W. E., und Mansfield, W. W. Bestimmung von Natriumcetylsulfat 226.

Eeckhout, J., siehe Gillis, J.

Efros, S. M. Farbreaktion zum Nachweis von Cadmium 127.

Eichhorn, F., siehe Rappaport, F.

Eisen, J. Schnellanalyse von Aluminiumlegierungen 148.

Eisenberg, W. V., siehe Tillson, A. H.

Eisenbrand, J. Nachweis von Naphthionsäure 271.

Eisenman, W., und Bricker, C. E. Bestimmung von Streptomycin 393.

Ekeblad, P. Titration von Alkaloidbasen in wasserfreier Essigsäure mittels Perchlorsäure und BZL-Blau als Indicator 122.

Elder, M. E., siehe Maron, S. H.

Elinson, M. M. Bestimmung von Wasserstoff in Kohlenwasserstoffgasen 304.

Ellenbogen, W. C., Rump, E. S., Geary, P. A., und Burke, M. M. Bestimmung von Khellin neben Visnagin 70.

Ellis, siehe Gregory.

Ellis, G., siehe Voris, L.

Ellms, J. W., und Hauser, S. J. Chlorbestimmung in Wasser mittels o-Tolidin 188.

Elofson, R. M. Polarographische Bestimmung von Cyclo-Octatetraen 205.

Elson, L. A., und Morgan, W. T. I. Bestimmung von Glucosamin in Gegenwart von Eiweiß 76.

Elving, P. J., siehe Warshowsky, B.

El Wakkad, siehe el Wakkad, S. E. S.

Emery, J. F., siehe Phillips, J. P.

Emery, W. B., und Walker, A. D. Bestimmung von Streptomycin 393.

Emery, W. O. Jodometrische Bestimmung von Phenacetin 68.

Emmens, C. W., siehe Callow, N. H.

Emmerie, A., und Engel, C. Bestimmung von Tocopherol 398, 399.

Engel, C., siehe Emmerie, A.

Ephraim, F. Colorimetrischer Nachweis von Vanadium 249.

Epstein, J. H., siehe Roe, J. H.

Erdman, H. Nitritnachweis mittels 1-Amino-8-naphthol-4,6-disulfosäure 89.

Erxleben, H., siehe Kögl, F.

Esser, H., und Heinzler, F. Bestimmung von Fibrinogen mit der Biuretreaktion 159.

Etienne, A. D. Bestimmung von Alkohol in Wein 230.

Ettinger, M. B., Ruchhoft, C. C., und Lishka, R. J. Colorimetrische Bestimmung von Phenolen in Oberflächenwässern und Industriewässern 57.

Euler, H., und Josephson, K. Gewinnung von Katalase aus Pferdeleber 268.

Evans, B. S. Diphenylcarbazid als Indicator 434.

Evelyn, K. A., siehe Maughan, G. B.

McEwen, K. L., und Grant, G. A. Bestimmung von freiem Chlor in Wasser mittels o-Dianisidindihydrochlorid 236.

Ewers, W. E., siehe Edwards, G. R.

Fabre, R., Truhaut, R., und Chéramy, P. Bestimmung von Alkohol und Äthyläther nebeneinander in Luft und biologischem Material 143.

Fabre, R., Truhaut, R., und Herbert, M. Nachweis von Pyridin durch Farbreaktion 81.

Fackler, M. B., und Rugg, J. S. Wanderung von Kautschukkomponenten von Probe zu Probe bei gemeinsamer Alterung von Mischungen 58.

Fairbairn, D., und Harpur, R. P. Chromatographische Trennung von niedrigen Fettsäuren 120.

Fairing, J. D., und Warrington, H. P. Bestimmung von Methoxychlor 309.

Fajnberg, S. Ju., Zajčikova, I. B., und Frajberg, S. M. Bestimmung von Blei in bariumhaltigen Erzen und Anreicherungsprodukten 299.

Faller, F. E. Titrimetrische Schnellbestimmung von Zink in Aluminium und Aluminium-Legierungen 15 [Or].

Fancutt, F., und Twiselton, M. S. Kupplung von Indophenolfarbstoff 310.

Fanning, R. J., und Bekkedahl, N. Quantitative Ermittlung von Kohlenwasserstoff in Kautschuk durch Bestimmung des Brechungsindexes 59.

Fantoni, P. Gerät zur Bestimmung von Alkohol in Weinen 292.

Farber, M., Milhorat, A. T., und Rosenkrantz, H. Bestimmung von Tocopherol in Plasma 160.

Faschalek, J. Bestimmung von m-Aminophenol in PAS 314.

Faschalek, J., und Schubert, A. Colorimetrische Bestimmung von m-Aminophenol 314.

Faulkner, M. B., siehe Steyermark, A.

Fay, H., siehe Norris, J. F.

Fedorova, M. N. Bestimmung sekundärer Kupfersulfide in Kupferzinksulfiderzen 299.

Feigl, F. Reaktionen auf Molybdat-Ion 439.

Feiler, C. E., siehe Wagner, W. F.

Feldman, C. Arbeitstechnik der porösen Elektrode in der Spektralanalyse 367.

Feldmann, K., siehe Vogt, H.

Fencl, Z. Polarographische Bestimmung von trans-trans- und cis-cis-Muconsäure 114.

Fernandez-Cellini, R., und Petrement, J. C. Bestimmung von Fluor in Wasser 236.

Ferrando, F. M., siehe Pérez, M.

Fetzer, W. R., und Jones, R. C. Bestimmung freier und gesamter Milchsäure in Handelsware 374.

Fewster, M. E., und Hall, D. A. Entwicklung von Chromatogrammen 213.

Field, E. T., siehe Budowski, P., sowie Suarez, C.

Fieser, L. F. Reinigung von Stickstoff 115.

Filippova, N. A., und Lurje, Ju. Ju. Bestimmung von Zink in Reinnickel 373.

Finkelštejn, D. N., und Benevolenskaja, Ju. A. Bestimmung von Zink in Erzen und Anreicherungsprodukten 151.

Fischer, R., und Resch, H. Bestimmung des Azulens in der Kamille und in ihrem ätherischen Öl 395.

Fischman, W. H. Extraktionsverfahren bei Glucoroniden 348.

Fish, V. B. Halbmikro-Kjeldahl-Verfahren für Azine, Hydrazone, Oxime und Semicarbazone 290.

Fitzer, E. Fortschritte der technischen Emissionsspektralanalyse 363.

Flanagan, T. L., siehe Burke, M. M.

Flaschka, H. Bestimmung von Zink und Blei in Zinkoxyden durch Komplexontitration 285. — Maßanalytische K-Bestimmung nach Fällung als Tetraphenyloborat 175. — Murexid als Indicator bei Komplexontitrationen 148. — Titrationen mit Komplexon III 285. — Waschflüssigkeit der Tetraphenylborkaliumfällung 165. — Zinkbestimmung in Lithopone durch Komplexontitration 285. — Siehe auch Huditz, F.

Flaschka, H., und Lackner, H. Bestimmung der Wasserhärte durch Komplexontitration 448. — Mikrobestimmung der Säurezahl 453.

Flaschka, H., und Schöniger, W. Eriochromschwarz T als Indicator 17, 448.

Fleury, P., Courtois, J., und Eberhard, R. Eiweißbestimmung in Serum 159.

Flint, M. C., siehe Conrad, F. H.

Flores-de Ligondés, J., siehe Bermejo-Martínez, F.

Florkin, M., Crismer, R., Duchateau, G., und Houet, R. Naphthoresorcinreaktion auf Glucuronide 343.

Fölsner, A. Trennung von V und Fe mittels Alkalien 253.

Förch, J. H. Schwefelbestimmung in festen Brennstoffen durch Verbrennung 307.

Foley, R. T., und Anderson, R. C. Reaktion von Sulfosalicylsäure mit Eisen(III)-salzen 93.

Folin, O., und Ciocalteu, V. Reaktion auf Phenol 458.

Folin, O., und Marenzi, D. Reagens auf Phenol 458.

Folin, O., und Wu, H. Naphthochinonsulfonsäure als Reagens auf Aminosäuren 264. — Stickstoffbestimmung im Blut 460.

Fomina, A. M., siehe Valdman, V. L.

Fore, H., und Morton, R. A. Katalytische Bestimmung von Mangan in biologischem Material 461.

Forney, G. E., siehe Dodson, R. W.

Fort, R. Indirekte Bestimmung von Chlor und Brom in Gemischen 440.

Foschini, A. Die elektrolytische Abscheidung des Zinns aus seinen Chlorverbindungen. II. Abscheidung aus Zinn(IV)-salzlösungen 408 [Or].

Fossum, J. H., und Riddick, J. A. Bestimmung von Lindan 309.

Foulk, C. W., und Bawden, A. T. „Dead-stop"-Endpunkt bei elektrometrischen Titrationen 115.

Fowden, L. Bestimmung von Aminosäuren 142.

Fox, D. L. Nachweis von HCN mit alkalischer Silberjodidsuspension 48. — Siehe auch Gorgy, S.

Fox, J. J., und Gange, A. J. Farbreaktion auf Phenole 450.

Frajberg, S. M., siehe Fajnberg, S. Ju.

Franzen, F., Hegemann, W., und Disse, W. Fehlerquellen bei der Bestimmung von Methylimid und Methoxyl 224.

Fredrick, W. G., siehe Smith, R. G.

Free, A. H., und Cook, M. H. Bestimmung von Chlor im Urin 155.

Freeman, J. H. Nachweis von Methylolphenolen durch Papierchromatographie 214.

Freier, R. Sauerstoffbestimmung in Wasser 183.

Freimuth, siehe Gettler.

Freiser, H., und Dessy, R. Pufferkapazität von wäßrigen Lösungsgemischen 286. — Siehe auch Steinbach, J.

Frenay, E., Collée, R., und Grodent, H. Bestimmung von Zinkverbindungen in gemischten zinkhaltigen Produkten 298.

Fresenius, L. Spurenanalyse von Wässern 241.

Fresenius, Ph. Kritik des Ascaridolnachweises von Wegner 395.

Fresenius, R. Schwefelbestimmung 201. — Störung der Bariumchromatfällung zur Sulfatbestimmung durch höhere Salzkonzentration 419.

Freund, H., siehe Willard, H. H.

Frey, H. Bestimmung des Gesamtschwefels in vulkanisierten Gummimischungen 60. — Bestimmung von Sulfat als Bariumsulfat 53. — Sulfatbestimmung durch photometrische Titration in Gummimischungen 53, 61. — Siehe auch Kaiser, H.

Freytag, H. Neuer luminescenzanalytischer Nachweis von Ascorbinsäure und einigen Mercaptoverbindungen 263 [Or].

Fricker, A., siehe Schober, R.

Friedmann, M. M. Bromidbestimmung in biologischem Material 461.

Friedrich, A., Kühaas, E., und Schnürch, R. Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl 290.

Fritz, J. S., siehe Vespe, V.

Frontali, N., siehe Cavallini, D.

Frost, A. A., siehe Zaukelies, D.

Fry, D. L., Nusbaum, R. E., und Randall, H. M. Graphische Näherungsmethode 398.

Fryling, C. F., und Tooley, F. V. Fehlerquellen beim Gebrauch des Silberreduktors 222.

Fuchs, P. Grundlagen der indirekten Analyse zweikomponentiger Systeme 101.

Fujiwara, K. Farbreaktion auf gechlorte Kohlenwasserstoffe 80.

Furman, N. H., siehe Cooke, W. D.

Furness, W. Zusammenhang zwischen mittlerer Diffusions- und Spitzenstromstärke in der Polarographie 204.

Gabillon, M., siehe Auger, V.

Gabrielson, G., und Samuelson, O. Trennung von Alkohol, Ketonen und Aldehyden durch Ionenaustausch 432, 433.

Gaertner, P., siehe Lipps, G.

Gage, J. C. Bestimmung von Parathion als Azofarbstoff 310. — Colorimetrische Bestimmung von Nitrophenolen in Parathion 310.

Galender, J., siehe Schmall, M.

Gange, A. J., siehe Fox, J. J.

Ganguly, A. K., siehe Bhattacharya, R. N.

Gantz, E., siehe Clair Gantz, St., E.

Garschagen, H., siehe Asmus, E.

Garton, G. A., Robinson, D., und Williams, R. T. Hydrolysendaten von Phenolglucuronid 342. — Siehe auch Dogson, K. S.

Garzón, E. T., siehe Dalma, G.

Gastinger, E. Über Mitfällungserscheinungen bei gravimetrischen Bestimmungen mit Kupferron 1 [Or]. — Spektralphotometrische Bestimmung des Nitrosophenylhydroxylamins 2.

Gatterer, A. Erfordernisse bei einem Spektrographen 364.

Gaudin, A. M., und Carr, J. S. Nachweis von mit Radio-Schwefel markiertem Äthylxanthat 207.

Gauss, K., siehe Waldschmidt-Leitz, E.

Geary, P. A., siehe Bailey, S. D., sowie Ellenbogen, W. C.

Gebauhr, W., siehe Geilmann, W.

Geiling, E. M. K., siehe Schwiegk, H.

Geilmann, W., und Bretschneider, G. Ein Beitrag zur mikrochemischen Sulfatbestimmung nach dem Chromatverfahren 412 [Or]. — Reduktion von Sulfat mittels unterphosphoriger Säure 197.

Geilmann, W., und Gebauhr, W. Zur Fällung der Alkalimetalle als Tetraphenylborverbindungen161[Or].

Geld, J., siehe Miller, W. L.

Genis, M. A., siehe Grenberg, E. I.

Germuth, F. G. Nachweis von Nitrit mittels Dimethyl-α-naphthylamin 89.

Gettler und Freimuth, Kohlenoxydbestimmung in Blut 320.

Giblin, J. C., und Chapman, G. Nachweis von Nitrit mittels Sulfanilsäure 89.

Gilligan, D. R., siehe Lowry, O. H.

Gillis, J., Eeckhout, J., und Standaert, G. Amperometrische Bestimmung von Wismut 279.

Ginger, I. G. Bestimmung von C-Methylgruppen 376.

van Ginkel, L., siehe van de Kamer, J. H.

Ginzburg, B., und Livšic, L. Ja. Bestimmung von Mangan und Chrom in Nickelelektrolyt 304.

Gippin, M., siehe Mandel, E. E.

Girard, A., und Sandelescu, G. Bestimmung der 17-Ketosteroide 400.

Githens sr., R. E., siehe Martens, R. I.

Gjems, O., siehe Lydersen, D.

Glemser, O., siehe Ziegler, M.

Glenn, R. A., Wolfarth, J. S., und de Walt jr., C. W. Anwendung eines Differentialrefraktometers zur chromatographischen Analyse von hydrierten Kohleprodukten 283.

Glick, D., siehe Malmstrom, B. G.

Gloor, W. T., siehe Small, L. D.

Glover, J. H., und Hodgson, H. W. Polarographische Bestimmung von Cyclo-Octatetraen 205.

Goehring, M. Einleitung in die chemische Analyse von Ludwig Medicus, I. Band: Qualitative Analyse 279 [L].

Goldbach, H. J., und Opfer-Schaum, R. Barbituratnachweis in der forensischen Praxis 464.

Goldschneider, I., siehe Mendel, B.

Goldstein, N. P., siehe Roe, J. H.

Golston, A. W., Bonnichsen, R. K., und Arnon, D. Gewinnung von Katalase aus Spinat 268.

Gooch, F. A., und Weed, L. H. Abscheidung von Silberchromat 280.

Goodman, J., siehe Sobel, A. E.

Gorbach, G. Membranbürette 245. — Mikrobestimmung von Aldosen 444.

Gorbach, G., und Pohl, F. A. Entfernung von überschüssigem Eisen in der spektralanalytischen Spurenanalyse 425. — Schwärzungskurve nach Seidel in der Spektralanalyse 246. —

Spurenanalyse von Wässern mit Hilfe von Extraktion 242.

Gorbach, G., und Rohner, K. Bestimmung flüchtiger Phenole in Abwasser 449.

Gorbach, G., und Schäfer, P. Bestimmung der Lactose in Milch 445.

Gordon, L. Übersicht über Fällungsmethoden aus homogener Lösung 44.

Gordon, L., Brandt, R. A., Quill, L. L., und Salutsky, M. L. Fraktionierte Trennung von Lanthan-Cer-Gemischen sowie Lanthan-Präseodym-Gemischen aus homogener Lösung 45.

Gordon, L., und Wroczynski, A. F. Fällung von Calcium aus homogener Lösung mit Methyloxalat 45. — Siehe auch Willard, H. H.

Gorgy, S., Rakestraw, N. W., und Fox, D. L. Arsenbestimmung 207.

Goris, A., und Larsonneau, A. Nachweis von Anilin, durch Farbreaktion 81.

Gotô, H., und Akizuki, T. Kupferbestimmung in Eisen und Stahl 125.

Gotô, H., und Kakita, Y. Photometrische Bestimmung von Antimon mittels Methylviolett 220.

Gotô, H., und Sudô, E. Mikrobestimmung von Kupfer 125.

Gotô, H., und Suzuki, Sh. Kupferbestimmung bei Anwesenheit großer Überschüsse von Fremdmetall 125.

Gottwald, E., und Voigt, G. E. Bestimmung von Blutalkohol 156.

Govaerts, J., und Barcia-Goyanes, C. Bestimmung von Cr, Mo und V mit Hilfe des ^{110}Ag-Isotops 280.

Gowans, W. J., und Clark, F. E. Bestimmung von Kautschuk-Kohlenwasserstoff in Rohkautschuk 378.

Grady, A. B., siehe Astwood, E. B.

Graefe, G., siehe Heyns, K.

Graham, J., siehe Brown, F.

Graham, R. P., und Hitchen, A. Polarographische Bestimmung von Titan in Aluminiumlegierungen 205.

Gran, G., und Wetlesen, C.-U. Bestimmung von Äthylendiamin in Cupriäthylendiaminlösungen 455.

Grandjean, H. H., siehe Rosenmund, K. W., sowie Vogt, H.

Granovskij, I. V., und Družinin, F. G. Bestimmung von Calciumoxyd in Siemens-Martin- und Hochofenschlacken 302.

Grant, G. A., Katz, M., und Riberdy, R. Bestimmung von Kohlenoxyd in Luft 370 — Siehe auch McEwen, K. L., sowie Katz, M.

Mc Grath, C. D., siehe Looney, W. B.

Greaves, M. C., siehe Kew, O. J.

Gregory, Morris und Ellis. Kobaltbestimmung mittels Nitrokresol in Pflanzen 380.

Grenberg, E. I., und Genis, M. A. Photocolorimetrische Bestimmung von freiem und gebundenem Titan in Stahl 146.

Griffon, H., siehe Leulier, A.

Grikit, J. A. Spektralanalyse einer Aluminiumlegierung 111.

Griswold, R. M., und Leffler, F. Bestimmung von Collagen in gekochtem Fleisch 233.

Grodent, H., siehe Frenay, E.

Gross, D., siehe Albon, N., sowie de Whalley, H. C. S.

Grossfeld, J. Säureaufschluß zur Fettbestimmung in Backwaren usw. 232.

Grunbaum, B. W., und Kirk, P. L. Jodzahlbestimmung von Fett bei Mikrogrammeinwaagen 226.

Grunbaum, B. W., Schöniger, W., und Kirk, P. L. Herstellung von 0,001 n Kalilauge durch Ionenaustausch 431.

Gubler, C. J., Lahey, M. S., Ashenbrucker, H., Cartwright, G. E., und Wintrobe, M. M. Bestimmung von Kupfer in Blut, roten Blutkörperchen und Plasma 459.

Guérin, H. Traité de manipulation et d'analyse des Gaz 108 [L].

Guérin, H., und Marcel, P. Sauerstoffbestimmung in Kohlen durch Hydrierung 379.

Guillaume, A., und Mehl, A. Bestimmung der p-Oxybenzoesäuremethylester in Lebensmitteln und reinen Lösungen 386.

Guiter, H., siehe Carrière, E.

Gump, J. R., und Sherwood, G. R. Fällung von Zirkonium und Hafnium als Arsenate aus homogener Lösung 45.

Gupta, J., und Chakrabartty, B. Colorimetrierung von Wismut mittels Dithiocarbamidohydrazin 438.

Gupta, J., und Prasad Sen Sarma, K. Colorimetrische Bestimmung von Wismut 438.

Gustafsson, M., siehe Laakso, P. V.

Gutmann, F., siehe Bosson, G.

Gwatkin, G. H. R., Bestimmung von Al in Aluminiumbronzen 150.

Gysling, H., und Schwarzenbach, G. Untersuchungen über die Methinbis-barbitursäure 82. — Siehe auch Schwarzenbach, G.

Haberstock, J., siehe Strohecker, R.

Hackmann, R. H., Pryor, M. G. M., und Todd, A. R. Nachweis von 3,4-Dioxyphenylessigsäure in Arthropoden 66.

Hadorn, H., und Jungkunz, R. Bestimmung des Gesamtfetts, Milchfetts, Eigehaltes in Backwaren und diätetischen Nährmitteln 232.

Hänsel, R., siehe Hörhammer, L.

Haeseler, G., siehe Wüstenfeld, H.

Häuser, H., siehe Diemair, W.

Haftmann, E., und Levant, A. J. Papierchromatographie von herzwirksamen Glucosiden, Aglykonen und deren Acetaten 214.

Hagdahl, L., Williams, R. J. P., und Tiselius, A. Bedeutung des Verlaufs der Adsorptionsisothermen in der Chromatographie 116.

Hagedorn, P. Bestimmung von Coffein 315. — Siehe auch Neu, R.

Hagemann, F. Thoriumextraktion aus radioaktiven Spaltprodukten 208.

Hahn, F. L., und Leimbach, G. Anwendung der Katalyse für analytische Zwecke 125.

Hahn, R. B., siehe Willard, H. H.

Hald, J. Bestimmung von Acet-4-chloranilid in Phenacetin 68.

Hale, A. H., und Stillman, J. W. Registrierung analytischer Urkunden 124. — Siehe auch dal Nogare, St.

Hale, Ch. H. Bestimmung von Chlor und Schwefel in Mineralöl 64.

Hale, W. S., siehe Balls, A. R.

Hall, C. J. Bestimmung von Wismut in Blei 240.

Hall, D. A., siehe Fewster, M. E.

Hall, J. L., siehe Hartley, L. M.

Hall, R. T., und Kirklin, W. A. Aufbau analytischer Laboratorien 125. — Siehe auch Aluise, V. A.

Hamaker, J. Schwefelbestimmung in festen Brennstoffen durch Verbrennung 307.

Hamill, K. G., und Simonds, P. W. Fluorescenz des Adsorbates von Wein auf Tonerde 229.

Hamilton, W. C., siehe West, Ph. W.

Hanok, A., siehe Sobel, A. E.

Hanson, S. W. F., Mills, G. T., und Williams, R. T. Naphthoresorcinreaktion auf Glucuronide 343.

Hantzsch, A. Dissoziationskonstante von Kupferron 2.

Hardy, F. R. F., siehe Pellowe, E. F.

Harpur, R. P., siehe Fairbairn, D.

Harris, P. L., siehe Quaife, M. L.

Harris, W. F., und Sweet, T. R. Coulometrische Bestimmung von Nickel in Stahl 148.

Harrison, A., siehe Winteringham, F. P. W.

Harrison, L. M., siehe Desha, L. J.

Harrow, L. S., siehe Clements, J. E.

Hart, D., siehe Kiehl, S. J.

Hartley, L. M., und Hall, J. L. Bestimmung von Collagen 233.

Harvey, D. G. Bestimmung von Dinitro-o-kresol 157.

Harvey, D. G., und Bidstrup, P. L. Bestimmung von Dinitro-o-kresol 157.

Hauptmann, A. Bromidbestimmung in biologischem Material 461.

Hauser, S. J., siehe Ellms, J. W.

Hayes, E. R., siehe Vandenheuvel, F. A.

Haywood, F. W., und Wood, A. A. R. Kobaltbestimmung in Stahl 372.

Heath, P., siehe Stock, J. T.

Hecht, G., und Wingler, A. Cancerogene Eigenschaften von β-Naphthylamin 277.

Heemann, I., siehe Vogt, H.

Hegemann, W., siehe Franzen, F.

Heilmeyer, L., siehe Schwiegk, H.

Heinen, E. J., und Benne, E. J. Photometrische Zinkbestimmung in zinkphosphidhaltigem Getreide 380.

Heinzler, F., siehe Esser, H.

Heller, J., siehe Schwarzenbach, G.

Heller, K., Kuhla, G., und Machek, F. Spurenanalyse von Wässern 241.

Heming, A. E., siehe Burke, M. M.

Hennichs, S., Gewinnung von Katalase aus Pferdeleber 268.

Hennicke, A., siehe Wuth, O.

Henschen, H., siehe Tiselius, R.

Herbain, M. Bestimmung von Sulfonamiden im Blut 463.

Herbert, M., siehe Fabre, R.

Herr, W., siehe Schwiegk, H.

Herrmann, K. Nachweis und Bestimmung der Gerbstoffe in Drogen 312.

Heyns, K., Anders, G., bzw. Walter, W. Papierchromatographisches Verhalten von Eiweißabbauprodukten und ihre Trennung 436.

Heyns, K., und Graefe, G. Biochemisches Verhalten von Glucuronsäure im Organismus 339.

Heyns, K., und Kelch, C. Synthetisierung von Phenol-β-d-glucuronsäure 341. — Über die quantitative Bestimmung von Glucuronsäure und von Glucuronosiden mittels der Naphthoresorcinreaktion 339 [Or].

Heyrovský, J. Verhältnis zwischen Diffusions- und Spitzenstromstärke in der Polarographie 204.

Hickman, K. C. O., und Linstead, R. G. Indicatoren in der Alkalimetrie 286.

Higuchi, T., Hill, N. C., und Corcoran, G. B. Trennung und Bestimmung von Dicarbonsäuren durch Chromatographie 281.

Higuchi, T., und Patel, K. P. Bestimmung von Coffein und Phenacetin neben Acetylsalicylsäure in Arzneimittelkombinationen 282.

Higuchi, T., Patel, K. P., Bonow, E. R., und Landsman, J. Trennung und Bestimmung von p-Oxybenzoesäureestern 282.

Hill, N. C., siehe Higuchi, T.

Hilmer, P., siehe Sullivan, M. X.

Hines, E., und Boltz, D. F. Photometrische Bestimmung von Titan 437.

Hirsch, P., siehe Tillmans, J.

Hiskey, C. F., siehe Atkinson, R. H.

Hitchen, A., siehe Graham, R. P.

Hodgson, H. W., siehe Glover, J. H.

Högl, O. Unterscheidung von Mistellen gegenüber vergorenen Dessertweinen durch chromatographische Glycerinbestimmung 435.

Höhne, G., siehe Schwiegk, H.

Hörhammer, L., und Hänsel, R. Reaktion von Rutin und Quercetin mit Zirkonoxychlorid 96.

Hofer, H., siehe Popp, M.

Hoffecker, W. A., siehe Lipkin, M. R.

Hoffmann, J. Spurenanalyse von Wässern 241. — Siehe auch Lacourt, A.

Hoffpauir, C. L. Bestimmung der Stärke mittels Anthron 382.

Hofmann, A., siehe Knaffl-Lenz, E.

Holeček, V., siehe Tomíček, O.

Holleman, A. F., siehe Wiberg, E.

Holter, H., siehe Botellier, H. P.

Holter, H. D., siehe Bruel, D.

Hopps, G. L., und Berk, A. A. Bestimmung des Vanadiumgehaltes von Heizölaschen 65.

Horak, O. Eine neue Schnellmethode zur Bestimmung des Schwefels in Pyriten und Kiesen 196 [Or].

Horner, L., und Betzel, C. Amine als Inhibitoren bei Fermentreaktionen 275.

Hornstein, I., siehe Schechter, M. S.

Horton, Ch. A., siehe Willard, H. H.

Hostettler, F., siehe Borel, E.

Houet, R., siehe Florkin, M.

Houlihan, J. E. Bestimmung der Gesamthärte von Wasser 234.

Howells, K. W., siehe Mc Allister, R. A.

Hozami, K., Imaeda, K., und Tanaka, M. Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff in der Elementaranalyse 132.

Huditz, F., und Flaschka, H. Murexid als Indicator bei Komplexontitrationen 148.

Hudson jr., B. E., siehe Robey, R. F.

Hug, O., siehe Schwiegk, H.

Hunzinger, W., siehe Schwiegk, H.

Hymas, F. C., siehe Cocking, T. T.

Imaeda, K., siehe Hozami, K.

Imbrici, D., siehe Violante, C.

Ingols, R. S., und Murray, P. E. Ca-Fällung aus homogener Lösung nach der Harnstoffmethode 45.

Mc Intire, F. C., Bestimmung von Histamin in pharmazeutischen Präparaten 392.

Intonti, R., und Renzi, D. Aschenbestimmung in Brot 445.

Ioffe, I. I. Analyse eines Gemisches von Malein- und Phthalsäure 140.

Ipach, E., siehe Wickert, K.

Irion, W., und Moldrickx, P. Apparat zur Serienbestimmung von Carotin in Pflanzenprodukten 382.

Isermeyer, H. Bestimmung der Bodenatmung und der Carbonate im Boden 383.

Ivanov, B. G., und Bezjajko, S. M. Photocolorimetrische Bestimmung von Titan in Legierungen 237.

Jaboulay, B. E. Aufschluß chromhaltiger Eisenlegierungen mit Perchlorsäure zur Cr-Bestimmung 372. — Siehe auch Lassieur, A.

Jackson, L. C., siehe Cannon, W. A.

Jacquet, O., siehe Lacourt, A.

James, A. E., siehe Kelly, C. A.

Janowsky, I. V. Farbreaktion auf m-Dinitrobenzol 307. — Nachweis von Nitrat 456.

Jansch, H., und Mayer, F. X. Beitrag zur Methodik gerichts-chemischer Untersuchungen, Ausmittelung von Giften 80.

Jantsch, G., und Zemek, F. Untersuchungen zur colorimetrischen Vanadiumbestimmung mittels o-Phenanthrolin 249 [Or].

Jarrige, P. Naphthoresorcinreaktion auf Glucuronsäure 340.

Jayle, M. F. Bestimmung der Peroxydase 352.

Jean, M. Antimonbestimmung als Methylviolettkomplex 220.

Jelatis, D. G., siehe Schulman, J. H.

Jenkins, A. C., siehe Birdsall, C. M.

Jensen, K. B. Bestimmung von Digitalisglucosiden durch Fluorescenzreaktionen 71. — Papierchromatographische Trennung von Digitalisglucosiden 71.

Jerman, L., siehe Tomíček, O.

Jesurum, J. A. Darstellung von Pseudosaccharinchlorid 256.

Jindra, A., Kalvoda, R., und Zýka, J. Amperometrische Titrationen mit p-Diazobenzolsulfonsäure 280.

Jindra, A., und Pohorsky, J. Verwendung von Anionenaustauschern 433.

Jindra, A., und Rentz, J. Bestimmung der Salze von Lokalanästhetica mittels Ionenaustausches 433.

Johns, R. G. S., und Marrack, J. R. Bestimmung von Glucosamin in Gegenwart von Eiweiß 76.

Johnson, C. M., und Nishita, H. Mikrobestimmung von Sulfat- und Gesamtschwefel in Pflanzenmaterial, Böden und Berieselungswasser 152.

Johnson, L. T., siehe Degner, E. F.

Jolles, A. Bestimmung der Katalase durch Sauerstoffmessung 268.

Jonckers, M. D. E. Probenahme von Ferrolegierungen 372.

Jones, F. L., siehe Mandel, E. E.

Jones, L. R., und Riddick, J. A. Extraktion von Insecticiden mittels Acetonitril und Bestimmung von Dilan 309. — Quantitative Isolierung organischer Insecticide aus biologischem Material 308.

Jones, R. C., siehe Fetzer, W. R.

Jones, R. N., siehe Talbot, N. B.

Josephon, K., siehe Euler, H.

Jungkunz, R., siehe Hadorn, H.

Jwayama, Y. Colorimetrische Bestimmung von Santonin 396.

Jyer, S. N., und Krishna Murti, C. R. Bestimmung der Arginaseaktivität in Gewebshomogenaten 463.

Kabat, E. A., siehe Bendich, A.

Kämpf, W. Unterscheidung von Methyl- und Äthylalkohol in Gemischen 157.

Kaiser, H. Schwärzungskurve nach Seidel in der Spektralanalyse 246.

Kaiser, H., und Frey, H. Bestimmung des Azulengehaltes in Kamillenöl 396.

Kaiser, H., und Lang, W. Barbitalnachweis mittels komplexer Schwermetalljodide 464. — Mikrochemische Identifizierung von Sulfonamiden 388.

— Toxikologischer Nachweis von Cyclopal und Medomin 464.

Kakita, Y., siehe Gotô, H.

Kalvoda, R., und Zýka, J. Amperometrische Titration in der pharmazeutischen Analysen- und Arzneimittelkontrolle 280. — Siehe auch Jindra, A.

van de Kamer, J. H., und van Ginkel, L. Bestimmung der Rohfaser in Getreide 231.

Karanovič, G. G., siehe Kuznecov, V. J.

Kasarinowa, W. A., siehe Rosanow, S. N.

Kassler, I. Trennung von V und Fe mittels Alkalien 253.

Katersky, E. M., siehe Lowry, O. H.

Katz, M., und Katzmann, J. Kohlenoxydbestimmung aus der Wärmeentwickelung bei der Verbrennung 370.

Katz, M., Riberdy, R., und Grant, G. A. Verwendung von Halbleitern, „Thermistoren", bei der Kohlenoxydbestimmung 370. — Siehe auch Grant, G. A.

Katzenelbogen, S., und Czarski, T. Bromidbestimmung in biologischem Material 461.

Katzmann, J., siehe Katz, M.

Kaufman, M. Turbidimetrische Bestimmung von Benzylalkohol 139.

Kaufmann, H. P., und Baltes, J. Untersuchungsmethoden für die Fett- und Wachsindustrie 452.

Kaufmann, O., siehe Ballczo, H.

Kawe Andersson, K. G., siehe Andersson, K. G. K.

Mc Kay, E. A., siehe Salter, W. T.

Kelch, C., siehe Heyns, K.

Keller, H., siehe Riffart, H.

Kelley, E. G., siehe Wall, M. E.

Kelley, R. S., siehe Webb, J. W.

Kelly, C. A., und James, A. E. Spektrophotometrische Betimmung von Diäthylstilböstrol und Östrogenen 79.

Kelsey, F. E., siehe Schwiegk, H.

Kenny, W. R., siehe Mc Crumb, F. R.

Mc Kenzie, H. A. Verhältnis zwischen Diffusions- und Spitzenstromstärke in der Polarographie 204.

Kew, O. J., Amos, M. D., und Greaves, M. C. Titrimetrische Arsenbestimmung mit Bromatlösung 218.

Keyser, J. W. Perchlorsäurereaktion des Tryptophans 458.

Kibrick, A. C., Ross, M. R., und Skupp, S. J. Bestimmung von Kohlendioxyd in Serum oder Plasma 460.

Kidson, E. B., und Askew, H. O. Vorbereitung von biologischem Material zur Analyse durch Veraschung 131.

Kiehl, S. J., und Hart, D. Elektroreduktion von Niobium (V) zu Niobium (III) 48.

Kimura, K., und Murakami, Y. Bestimmung von Cer und Mangan 47.

Kingsbury, G. W. J., und Temple, R. B. Spektrographische Analyse von Zirkon-Hafniummischungen 118. — Spektrographische Bestimmung von Thorium in Lanthanoxyd 118.

Kingsley, A., siehe Kuck, J. A.

Kinnunen, J., und Merikanto, B. Zinnbestimmung in kupferhaltigen Legierungen 149.

Kinoshita, J. H., Bunker, J. P., und Scholander, P. F. Apparatur zur Kohlendioxydbestimmung im Plasma 460.

Kinsey, D., siehe Kuck, J. A.

Kirchberg, H., siehe Strohecker, R.

Kirk, P. L. Crime investigation. Physical Evidence and the Police Laboratory 202 [L]. — Siehe auch Grunbaum, B. W., sowie Manov, G. G.

Kirklin, W. A., siehe Hall, R. T.

Kirschbaum, A. Nachweis von m-Aminophenol 314.

Kirsten, W., und Alperowicz, L. Halogenbestimmung in der Elementaranalyse 135.

Kirsten, W., und Stenhagen, E. Bestimmung von C-Methylgruppen 376.

Klamann, D. Bestimmung von ionogen gebundenem Chlor neben Säurechloriden in acetonischer Lösung 137. — Siehe auch Drahowzal, F.

Klatskin, G., und Molander, D. W. Bestimmung von Tocopherol in Fäces 399.

Kleinmann, H., siehe Rona, P.

Knaffl-Lenz, E., und Hofmann, A. Nachweis von Ascaridol 394.

Knippenberg, E., siehe Alten, F.

Knouse, R. W., siehe Paul, W. D.

Kobel, M., siehe Neuberg, C.

Koch, F. C., siehe Walaszek-Piotrowski, C. J.

Kögl, F., Erxleben, H., und van Veersen, G. J., Anwendung der Methode der Dichtebestimmung mittels des „fallenden Tropfens" auf die Deuteriumbestimmung 209.

Koehler, W. Spektrochemische Prüfung von Reinmetallen, insbesondere Edelmetallen 368.

Köhn, W. Colorimetrische K-Bestimmung mit Dipikrylamin 155.

König, W. Reaktion primärer aromatischer Amine mit Bromcyan und Pyridin 81.

Körner, K. F. Die Makromikrobürette 99 [Or].

Kőrös, E., siehe Schulek, E.

Kössler, I., siehe Matyska, B.

Kofler, L., und Kofler, W. Normale Heizbank 370.

Kofler, M. Bestimmung von Tocopherol 398.

Kofler, W. Spezialheizbänke mit gedehntem, bezw. erweitertem Temperaturbereich 370.

Kogan, I. B. Polarographische Bestimmung von Zinkoxyd in Luft 112.

Koglin, Kurzes Handbuch der Chemie. Die Eigenschaften der Elemente und Verbindungen. II. Teilband Biz-K 279 [L].

Kohler, M. Gleichzeitige Bestimmung von Kalium und Ammonium 153. — Waschflüssigkeit für den Niederschlag von Tetraphenylborkalium 165. — Siehe auch Schwaibold, J.

Kohler, M., und Schwaibold, J. Waschflüssigkeit für den Niederschlag von Tetraphenylborkalium 165.

Kokorin, A. I. Photoelektrische Bestimmung von Antimon in Kupfer 238. — Photoelektrische Bestimmung von Titan in säurefestem Stahl 145.

Kollock, L. G., und Smith, E. F. Elektrolytische Trennung von V und Fe 253.

Kolthoff, I. M. Chlorbestimmung in Wasser mittels Dimethyl-p-phenylendiamin 188. — Untersuchungen über die Chromatfällung bei der Sulfatbestimmung 416.

Kolthoff, I. M., und Auerbach, C. Versenatgrundlösung für polarographische Bestimmungen 401.

Kolthoff, I. M., und Sandell, E. B. Textbook of quantitative inorganic Analysis 362 [L].

Koltypin, S. G. Polarographische Kobaltbestimmung in gebrauchten Autotraktorölen 113.

Kooyman, E. C., siehe Boer, H.

Kořistek, S., und Procházka, Ž. Papierchromatographischer Nachweis von Vitamin C mit $AgNO_3$ bzw. Jod 263.

Korovnik, Z. V., siehe Nekrasov, B. Ja.

Koršun, M. O. Sauerstoffbestimmung in Verbrennungsrückständen 64.

Kosinová, L. Amalgamreduktor 49.

Kottmann, A., siehe Seith, W.

Kovalenko, P. N., und Lektorskaja, N. A. Polarographische Bestimmung von Zinn und Antimon in metallischem Blei 113.

Kowald, I. A., und Mc Cormack, R. B. Bestimmung von Streptomycin 393.

Krainick, H. G., siehe Lieb, H., sowie Zacherl, M. K.

Kramer, H. Analyse von Kaltwellpräparaten 457.

Kreis, H. Verderbnisreaktion auf die Zersetzung im Fleisch 447.

Kremkus, F., siehe Rauterberg, E.

Krestowosdwigenskaja, T. N., siehe Kulikow, J. W.

Krishnamurty, K. V. S., und Purushottam, A. Bestimmung von Thorium mittels Vanillinsäure 217.

Krishnamurty, K. V. S., und Venkateswarlu, Ch. Thoriumbestimmung und -trennung von Ceriterden mittels Zimtsäure 217.

Krishna Murti, C. R., siehe Jyer, S. N.

Kröger, C. Grundriß der Technischen Chemie. IV.: Technische Brennstoffchemie 296 [L].

Kroonenberg, J., siehe van Arkel, C. G.

Krueger, E. O., siehe Washburn, H.

Kucharský, J., siehe Přibil, R.

Kuck, J. A., Kingsley, A., Kinsey, D. Sheehan, F., und Swigert, G. F. Abänderung des Kjeldahl-Verfahrens 133.

Kühaas, E., siehe Friedrich, A.

Kuhla, G., siehe Heller, K.

Kuhn, A., siehe Tillmans, J.

Kuhn, R., und Beinert, Hemmwirkung auf Carboxylase 276.

Kuhn, R., und Braun, L. Bestimmung von Peroxydase 352.

Kuhn, R., und Roth, H. Bestimmung von C-Methylgruppen in langkettigen aliphatischen Verbindungen 376.

Kuhnhenn, siehe Rosenmund, K. W.

Kulikow, J. W., und Krestowosdwigenskaja, T. N. Nachweis von Anilin, Sulfanil- und Anthranilsäure durch Farbreaktion 81.

Kun, E. Katalytische Bestimmung von Mangan in biologischem Material 461.

Kuznecov, V. J., Karanovič, G. G., und Drapkina, D. A. Colorimetrische Bestimmung von Aluminium mittels „Stilbazo" 128.

Laakso, P. V., und Gustafsson, M. Colorimetrische Bestimmung von Usninsäure 55.

Labianca, T., siehe Malaguti, A.

Laboratorio Provinciale, Bergamo, Bestimmung des Neutralfetts 452.

Mac Lachlan, E. A., siehe Talbot, N. R.

Lackner, H., siehe Flaschka, H.

La Clair, J. B., siehe Clair, la, J. B.

Lacourt, A., Sommereyns, Gh., Hoffmann, J., Stadler, A., und Wantier, G. Direkte Titration von Molybdän und Vanadin nach chromatographischer Trennung 433.

Lacourt, A., Sommereyns, Gh., Jacquet, O., und Wantier, G. Papierchromatographische Trennung zwischen Nickel und Kupfer bzw. Kobalt 434.

Lahey, M. E., siehe Gubler, C. J.

Lake, G. R., Mc Cutchan, Ph., van Meter, R., und Neel, J. C. Vermeidung von Fehlern bei der Kjeldahl-N-Bestimmung in der Analyse von Petroleum und Schieferölen 63.

Lambert, J. L. Verwendung von Cadmiumjodid-Linearstärkereagens 385.

Lamerton, L. F., siehe Schwiegk, H.

Land, A. H., siehe Sprague, J. M.

Landon, D. O., siehe Mitteldorf, A. J.

Landsman, J., siehe Higuchi, T.

Lang, K., siehe Schwiegk, H.

Lang, N., siehe Schwiegk, H.

Lang, R. Jodcyanidverfahren zur Jodidbestimmung 315.

Lang, R., und Messinger, J. Anwendung von Diphenylaminblau als Indicator 58.

Lang, W. Bestimmung von ätherischem Öl in Drogen 395. — Siehe auch Kaiser, H.

Lang, W., und Stephan, H. Barbituratnachweis 464. — Bildung von Schwermetalljodidkomplexen bei Sulfonamiden und Barbituraten 388. — Nachweis von Barbitalen bei Schlafmittelvergiftungen 464.

Lapp, H., und Reimers, H. Herstellung von chlorfreiem Brom 105.

Larsonneau, A., siehe Goris, A.

Lash, E. J., siehe Boelter, E. D.

Laskowski, D. E., und Putscher, R. E. Analyse eines säulenchromatographischen Eluates aus der mit der Zusammensetzung veränderten Dielektrizitätskonstanten 116.

Lassieur, A., Bertiaux, L., Chataignier, Jaboulay, B. E., Lemoine und Miel. Aufschluß von chromhaltigen Eisenlegierungen 372.

Laughland, D. H., siehe Dowler, M. W.

Lazarow, A, und Portis, R. A. Zerkleinerungsvorrichtung für biologisches Material 318.

Leavenworth, C. S., siehe Pucher, G. W.

Lederle, P. Eisencitratmethode bei der Phosphorsäurebestimmung 193.

Ledley, R. E., siehe Lipkin, M. R.

Lee, J. K., siehe Bricker, C. E.

Leffler, F., siehe Griswold, R. M.

Leimbach, G., siehe Hahn, F. L.

Leithe, W. Maßanalytische Bestimmung von Sulfat nach der Chromatmethode 412.

Lektorskaja, N. A., siehe Kovalenko, P. N.

Lemoigne, M. Nachweis von Nitrit mittels α-Naphthylamin 89.

Lemoine, A. Colorimetrische Kupferbestimmung in Stählen mit Rubeanwasserstoffsäure 147. — Siehe auch Lassieur, A.

Mc Leod, M. E., siehe Archibald, A. K.

Lepper, W. Abänderung der Eisencitratmethode zur Bestimmung der citronensäurelöslichen Phosphorsäure im Thomasphosphat; Abänderung der Fällungsweise von wasserlöslicher Phosphorsäure im Superphosphat und in Mischdüngern mit Superphosphat 191 [Or].

de Lerma, B., und Bompiani, A. Fluorescenzspektrophotometrische Bestimmung von Östron und α-Östradiol 79.

Leulier, A., Velluz, L., und Griffon, H. Kaliumbestimmung im Serum 319.

Levant, A. J., siehe Heftmann, E.

Lieb, H., und Krainick, H. G. Wägeröhre für organische Analysen 376.

Liebermann, J., siehe Rockland, L. B.

Linder, F., siehe Schwiegk, H.

Linderstrøm-Lang, K. L. Gewinnung von Casein 36. — Siehe auch Botellier, H. P., sowie Bruel, D.

Lindsly, C. P. Verwendung von Pikrinsäure zur Kristallvergrößerung bei der Sulfatfällung 53.

Lingane, J. J. Citratgrundlösung für die Eisen(III)-Bestimmung 401.

Lingane, J. J., und Loveridge, B. A. Verhältnis zwischen Diffusions- und Spitzenstromstärke in der Polarographie 204.

Linstead, R. G., siehe Hickman, K. C. O.

Lipkin, M. R., Hoffecker, W. A., Martin, C. C., und Ledley, R. E. Bestimmung von Aromaten an Silicagel 306.

Lippold, U. Jodometrische Bestimmung von Glucose 293.

Lipps, G., und Gaertner, P. Über die colorimetrische Bestimmung von aktivem Chlor in entkeimtem Wasser 188 [Or].

Lipschitz, W. L., und Bueding, E. Extraktionsverfahren bei Glucoroniden 348.

Lishka, R. J., siehe Ettinger, M. B.

Littmann, B., siehe Steyermark, A.

Livšic, L. Ja., siehe Ginzburg, L. B.

Löwenthal, Gerbstoffbestimmung 312.

Lohmann, Bestimmung von Adenosintriphosphorsäure 158.

Looney, W. B., Mc Grath, C. D., und Thomas, W. A. Tabletten zur Chlorbestimmung, bestehend aus $AgNO_3$, K_2CrO_4, $NaNO_3$, Citronensäure und $NaHCO_3$ 155.

Lorant, I. St. Bestimmung von Sulfatschwefel 152. — Reduktion von Sulfat mittels Jodwasserstoff und Ameisensäure 197.

Lord jr., S. S., O'Neill, R. C., und Rogers, L. B. Coulometrische Bestimmung von Submikromengen Silber 429.

von Lorenz, N. Phosphorsäurebestimmung in Düngemitteln 191.

de Lorenzi, F., siehe Aldrovandi, R.

Lovén, J. M. Darstellung von α-Mercaptopropionsäure 264.

Loveridge, B. A., siehe Lingane, J. J.

Lowry, O. H., Gilligan, D. R., und Katersky, E. M. Bestimmung von Collagen 233.

Lücker, F., siehe Neubauer, H.

Lüdy-Tenger, Barbituratnachweis 464.

Luke, C. L. Antimonanreicherung durch Adsorption an manganiger Säure 221.

Lunge, G. Schwefelbestimmung in Pyriten 200.

Lunge-Stierlin, Schwefelbestimmung in Pyriten 200.

Lurje, Ju. Ju., und Nikolaeva, Z. V. Vergleichende Untersuchung zur Bestimmung von Chlor und Chloraminen in Wasser 55. — Siehe auch Filippova, N. A.

Luther, R. Verhalten von Kupfer bei der Elektrolyse 323.

Lutter, B. F., und Bot, G. Einwirkung von Natriumchlorid auf Brotasche 445.

Lydersen, D. Indirekte polarographische Analyse mit Hilfe von Komplexbildnern, die eine anodische Depolarisationsstufe ergeben 327 [Or]. — Indirekte polarographische Bestimmung von Aluminium in Anwesenheit von Eisen(III) und Calcium 401 [Or].

Lydersen, D., und Gjems, O. Titration von Eisen(III)-salz mit Versenat 402.

Macheboeuf, M., siehe Allouf, R.

Machek, F., siehe Heller, K.

Mackay, R., siehe Bruce, J.

Macoun, J. M., Nachweis und Bestimmung entzündlicher Kohlenwasserstoffe in brennbarem Material 306.

Mader, W. J., und Buck, R. R. Bestimmung von Cortison und verwandter Ketosteroide 78.

Madigan, J. J., Zenno, E. E., und Pheasent, R. Bestimmung von Testosteronpropionat 160.

Madorsky, J., siehe Arnold, A.

McMahon, R. E., siehe Roberts, J. D.

Makishima, S. Antimontrennung durch Adsorption an manganiger Säure 221.

Malaguti, A., und Labianca, T. Volumetrische Bestimmung von Cer und Mangan mit mehrwertigem Silber als Oxydationsmittel 47.

de Maldé, M., Mussa, C., und Nebbia, J. V. und L. Bestimmung von Divinylacetylen in Acrylnitril 153.

Malmstadt, H.V., siehe Blaedel, W. J.

Malmstrom, B. G., und Glick, D. Bestimmung von Zink in Mengen von 10^{-6} mg in Gewebeschnitten 47.

Mandel, E. E., Gippin, M., und Jones, F. L. Stickstoffbestimmung im Blut 460.

Mandel, J. A., und Neuberg, C. Benzolunlöslichkeit der Produkte der Tollens-Reaktion bei Pentosen 344.

Manov, G. G., und Kirk, P. L. Untersuchungen über die Bariumchromatfällung 415.

Mansfield, W. W., siehe Edwards, G. R.

Manthel, R. W., siehe Schwiegk, H.

Marcel, P., siehe Guérin, H.

Marenzi, D., siehe Folin, O.

Maron, S. H., Ulevitch, J. N., und Elder, M. E. Bestimmung von Seife, freien Fett- und Harzsäuren bzw. freiem Alkali in Gummilatices 453.

Maron, T. U., und Schifferli, J. Bestimmung der waschaktiven Substanz 454.

Marrack, I. R., siehe Johns, R. G. S.

Marston, H. R., und Dewey, D. W. Zerstörung von Nitroso-R-Salz mittels Brom 131.

Martens, R. I., und Githens sr., R. E. Colorimetrische Bestimmung von Kupfer in Farben und anderen Kautschukchemikalien 62.

Martin, C. C., siehe Lipkin, M. R.

Martin, F., siehe Pinkus, A.

Martin, R. W. Verwendung von 4-Aminoantipyrin zur Colorimetrierung von Phenol in Wasser 57.

Matyska, B., und Kössler, I. Anodische Versenatstufe bei polarographischer Titration 337, 402.

Maughan, G. B., Evelyn, K. A., und Browne, J. S. L. Mikrobestimmung von Glucuronsäure 340.

Mayer, A., und Bradshaw, G. Bestimmung von Thorium in Magnesiumlegierungen 238.

Mayer, F. X. Anwendung der Spektralanalyse bei kriminalistischen Aufgaben 365. — Siehe auch Jansch, H.

Mayer, R. L. Aufspaltung von Azofarbstoffen im Organismus 270.

Maynard, L. A., siehe Voris, L.

Meadoe, J. R., und Reid, E. E. Pseudosaccharinchlorid zur Identifizierung von Alkoholen 256.

Mecarelli, E., siehe Anastasi, A.

Mehl, A., siehe Guillaume, A.

Mehl, H. G., siehe Schwiegk, H.

Mehltretter, C. L., Rist, C. E., Alexander, B. H., und Mellies, R. Z. Darstellung von Glucuronsäure 339.

Mehrotra, R. C., siehe Misra, A. L.

Meigh, D. F., Papierchromatographische Trennung und Bestimmung flüchtiger aliphatischer Alkohole 211.

Meinke, W. W. Thoriumextraktion aus radioaktiven Spaltprodukten 208.

Meinke, W. W., und Anderson. R. E. Gerät zur kontinuierlichen Extraktion mittels komplexbildendem Reagens 207.

Meites, L. Millicoulometrische Titrationen von Cer (IV), Vanadin (V), Dichromat und Permanganat 430. — Siehe auch Bogan, S.

Mellies, R. Z., siehe Mehltretter, C. L.

Mellon, M. G., siehe Wadelin, C.

Mendel, B., und Goldschneider, I. Milchsäurebestimmung mittels Veratrol 157.

Mentz, H., siehe Popp, M.

Meredith, P., und Sammons, H. G. Horizontalpapierchromatographie von Lipoidhydrolysaten 435.

Merikanto, B., siehe Kinnunen, J.

Merritt, L. L., und Walker, J. K. 8-Oxychinaldin als selektives Fällungsreagens 369. — Siehe auch Phillips, J. P.

Merten, R., und Rotzer, R. Bestimmung von Aminosäuren 35.

Messinger, J., siehe Lang, R.

van Meter, R., Bailey, O. W., und Brodie, E. C. Verbesserung des Mikro-N-Verfahrens nach Dumas 64. — Siehe auch Ball, J. S., sowie Lake, G. R.

Meyer, R. H., siehe Conrad, F. H.

Michaelis, L. Isotonische Veronal-Pufferlösung 155.

Miel, siehe Lassieur, A.

Miettinen, J. K., und Virtanen, A. I. Papierchromatographische Methoden 283.

Mikl, O., und Pech, J. Bestimmung von Chlor in organischen Verbindungen 136.

Milhorat, A. T., siehe Farber, M.

Miller, Ch. C., und Chalmers, R. A. Fehlerquellen beim Gebrauch des Silberreductors 222.

Miller, E. C., Crawford, F. W., und Simmons, B. J. Differentialrefraktometer zur Betriebskontrolle in Petroleumraffinerien 305.

Miller, H. W., und Brouns, R. J. Elektrolytische Abscheidung von Plutonium als Plutonyl-Ion auf Platin 208.

Miller, W. L., Geld, J., und Quatinetz, M. Kupferbestimmung in Stahl mittels Rubeanwasserstoff 147.

Mills, G. L. Colorimetrische Bestimmung von Trichloressigsäure 227, 531.

Mills, G. T., siehe Hanson, S. W. F.

Miroschnitschenko, K. S. Gallussäure als Tüpfelindicator 130.

Misra, A. L., Mehrotra, R. C., und Tewari, J. D. Notiz über ein neues Reagens zum Nachweis von Nitrit-Ion 89 [Or].

Mitchell, R. L., und Scott, R. O. Fällung mit Spurenfängern in der spektrochemischen Analyse 424.

Mitrošina, A. V., und Tarasova, L. S. Bestimmung von Kupfer in Gußeisenlagermetall 373.

Mitteldorf, A. J., und Landon, D. O. Spektralanalytische Bestimmung von Spurenelementen in Fleisch 112.

Möhlau, E. Bestimmung des Chlorbindungsvermögens und der Chlorzehrung in Trink-, Brauch- und Abwässern 449. — p_H-Messungen in der Wasseranalyse 448.

Mohler, H. Chemische Optik 202 [L].

Mohr, siehe Bunsen, R.

Molander, D. W., siehe Klatskin, G.

Moldrickx, P., siehe Irion, W.

Monacelli, R., siehe Cotta-Ramusino, F.

Monasterio, G., und Berti, G. Bestimmung der Lipoide im Blut 462.

Monastero, F. Colorimetrierung von Streptomycin und Dehydrostreptomycin 314.

Mondl, G., siehe Ballczo, H.

Monforte, F., und Stagno d'Alcontres, G. Alkalimetrische Bestimmung von Antipyrin 69. — Reaktion des Antipyrins mit Quecksilberchloramid und KJ 69.

Monga, A. S. Bestimmung von Glucose im Blut 461.

Monnier, D., siehe Rusconi, Y., sowie Wenger, P.-E.

Moore, C. E., siehe McCarthy, R.

Moore, L. A., siehe Wiseman, H. G.

Moore, M. F., siehe Conway, J. G.

Moore, R. T., McCutchan, Ph., und Young, D. A. Titration von organischen Stickstoffverbindungen mit Perchlorsäure in Eisessiglösung 123.

Moore, S., und Stein, W. H. Bestimmung von Aminosäuren 142.

Moran, J. J. Bestimmung von eiweißgebundenem Jod im Serum 72.

Morehead, J. F. Methyl-Cellosolve als Lösungsmittel bei der Schwefelkohlenstoffbestimmung 53.

Morgan, W. T. I., siehe Elson, L. A.

Moritz. Apparatur zur Bestimmung ätherischer Öle 395.

Morris, C. J. O. R., siehe Butt, W. R.

Morris, P., siehe Butt, W. R.

Morris, siehe Gregory.

Morton, R. A., und Stubbs, A. L. Bestimmung von Vitamin A- und Fettgehalten 397. — Siehe auch Fore, H.

Moser, L., und A. Brukl, Fällung von Gallium neben Aluminium mit Kupferron 1.

Moyer, H. V., siehe Bogan, E. J.

Mozolowski, W. Glucuronsäurereaktion mit Naphthoresorcin im Bezug auf Extinktion usw. 340.

Müller, H., siehe Strohecker, R.

Müller, J. H. Reaktion von Salicylsäure mit Titan(IV)-salzen 92. — Siehe auch Schwiegk, H.

MacMullen, J., siehe van Slyke, D. D.

Mullen, P. W. Nomogramm zur Umrechnung von Gasvolumina auf Standardbedingungen 287.

Muntoni, F., und Renzi, D. Bestimmung des Feuchtigkeitsgehalts in Mehl 231.

Murakami, Y., siehe Kimura, K.

Murayama, M. Mikrocolorimetrische Bestimmung von Harnstoff 74.

Murray, P. E., siehe Ingols, R. S.

Mussa, C., siehe de Maldé, M.

Muth, H., siehe Schwiegk, H.

Muthenthaller, H., siehe Ballczo, H.

Muthmann, W., und Schäfer, J. Jodometrische Selen(IV)-Bestimmung 20.

Myers, R. E. Elektrolytische Trennung von Fe und V 253.

Nadeau, G. F. Colorimetrische Bestimmung von Aminosäuren 35.

Najmark, L. E., siehe Alekseeva, A. I.

McNally, M. J., siehe Steyermark, A.

Natelson, S., siehe Sobel, A. E.

McNaught, K. J. Spektrophotometrische Bestimmung von Kobalt mittels Nitroso-R-Salz 131.

Nebbia, J. V., siehe de Maldé, M.

Nebbia, L., siehe de Maldé, M.

Neel, J. C., siehe Lake, G. R.

Nehring, K. Wasserbestimmung in Futtermitteln 233.

O'Neill, R. C., siehe Lord jr., S. S.

Nekrasov, B. Ja., und Korovnik, Z. V. Spektrographische Kupferbestimmung in Duraluminium 110.

Nelson, E. K. Nachweis von Ascaridol durch Reduktion 394.

Neu, R., und Hagedorn, P. Über die Unterscheidung zwischen Flavon-Glucosiden und Flavonen 96 [Or].

Neubauer, H., und Lücker, F. Phosphorsäurebestimmung in Düngemitteln 191.

Neuberg, C. Unterschied der Naphthoresorcinreaktion zwischen Hexuronsäuren und Pentosen 344. — Siehe auch Mandel, J. A.

Neuberg, C., und Kobel, M. Unterschiede bei der Naphthoresorcinreaktion der Glucuronide 344.

Neuberg, C., und Saneyoshi, S. Unterschiede bei der Naphthoresorcinreaktion der Glucuronide 344.

Neuberg, C., und Schewket, O. Abtrennung gepaarter Glucuronsäuren 349.

Nikolaeva, Z. V., siehe Lurje, Ju. Ju.

Nishita, H., siehe Johnson, C. M.

Nivens, R., siehe Steyermark, A.

Nivoli, M. Direkte maßanalytische Bestimmung von Vanadaten 130.

Nizovcev, A. A. Kohlensäureabsorber für gasvolumetrische Kohlenstoffbestimmung in Stahl und Eisen 143.

dal Nogare, St., und Oemler, A. N. Acidimetrische Bestimmung vicinaler Hydroxylgruppen 223.

dal Nogare, St., Perkins, L. R., und Hale, A. H. Titration von Methylmethacrylat 375.

Norris, J. F., und Fay, H. Titrimetrische Bestimmung von Seleniten 20.

Norris, M. V., siehe Averell, P. R.

Nouvel, G., siehe Revol, L.

Novacic, L., siehe Anastasi, A.

Nunez, G., siehe Spiteri, J.

Nusbaum, R. E., siehe Fry, D. L.

Oberweger, K. H., Seymour, D. E., und Simmonite, D. Oxydation von m-Aminophenol mittels Benzoylperoxyd 314.

Odenthal, F., siehe Schwiegk, H.

Oelssner, W. Bestimmung von p-Aminobenzoyldiäthylaminoäthanolhydrochlorid und p-Aminobenzoesäure nebeneinander 389.

Oemler, A. N., siehe dal Nogare, St.

Oeser, H., siehe Schwiegk, H.

Ogg, C. L. Mikroanalytische Bestimmung von Schwefel in organischen Verbindungen 137. — Siehe auch Willits, C. O.

Ogg, C. L., und Willits, C. O. Stickstoffbestimmung in N-N-, N-N-N- oder NO_2-Bindung 290.

Oita, L. J., siehe Pagel, H. A.

Okáč, A., siehe Dubský, J. V.

Oks, P. S., und Širjaeva, T. M. Bestimmung von Siliciumdioxyd im Calciumcarbid 297.

Olszewski, siehe Tillmans.

Omoto, H., siehe Doyle, W. L.

Opfer, H., siehe Böhme, H.

Opfer-Schaum, R., siehe Goldbach, H. J.

Osborn, G. H., Bestimmung von Zinkoxyd in Zinkstaub 58.

Oschatz, F., siehe Brintzinger, H.

Pagel, H. A. Ganzglas-CO_2-Generator 132.

Pagel, H. A., und Oita, L. J. Fehler durch Luftadsorption bei der Mikrostickstoffbestimmung nach Dumas 132.

Paget, H. Nachweis von Ascaridol durch Bildung von Propan 394.

Pankratz, R. E., und Bandelin, F. J. Colorimetrische Bestimmung von Salicylaten 385.

Panzer, H. Destillationsapparat zur Bestimmung von ätherischem Öl 396.

Parker, V. H. Bestimmung von Dinitro-o-kresol in biologischem Material 157.

Parkinson, T. L. Papierchromatographie von Konservierungsmitteln für Nahrungsmittel 213.

Parks, C. R., siehe Cole, J. O.

Partridge, S. M. Papierchromatographische Bestimmung von Zuckern 211.

Partridge, S. M., und Brimley, R. C. Trennung und Isolierung von Aminosäuren an synthetischen Ionenaustauschern 281.

Pasveer, W. Spektrographische Berechnungen mittels Fluchtlinientafeln 363.

Pate, B. D., siehe Smales, A. A.

Patel, K. P., siehe Higuchi, T.

Patterson, W. J., siehe Ramsay, L. L.

Paul, W. D., Knouse, R. W., und Routh, J. I. Bestimmung der Bromide in Blut und Liquor 461.

Paulus, W. Barbituratnachweis in der forensischen Praxis 464.

Payne, M. G., siehe Bailes, E. L.

Payne, R. W., siehe Astwood, E. B.

Payne, S. T. Spurenbestimmung von Arsen in Germaniumdioxyd und -tetrachlorid 219.

Paysant, P., siehe Wolff, R.

Pearce, S. J., siehe Schrenk, H. H.

Pech, J., siehe Mikl, O.

Pedinelli, M. Bestimmung von Codein in galenischen Produkten 316.

Pellowe, E. F., und Hardy, F. R. F. Bestimmung von Zink, Zinkoxyd, Zinkchlorid in Galvanisierrückständen 58.

Pemberton, R. Isolierung und Bestimmung der Metallcarbide von hochlegierten Stählen 144.

Pepkowitz, L. P., und Chebiniak, P. Kohlenstoffbestimmung in Metallen 236.

Pepkowitz, L. P., und Shirley, E. L. Reduktion von Sulfat mittels Gemisches von HCl, HJ und unterphosphoriger Säure 197.

Pérez, M., und Ferrando, F. M. Bestimmung von Vitamin A und von Fett in der Fischleber 397.

Perkins, L. R., siehe dal Nogare, St.

Perlman, D. Bestimmung von Streptomycin 393.

Pesez, M. Bestimmung von m-Aminophenol 313. — Sulfonamidbestimmung im Blut mittels p-Aminosalicylsäure 463.

Peters, E., siehe Bogan, S.

Petrement, J. C., siehe Fernandez-Cellini, R.

Pheasent, R., siehe Madigan, J. J.

Phillipps, J. P., Emery, J. F., und Price, H. P. Herstellungsverfahren für 8-Oxychinaldin 369.

Phillipps, J. P., und Merritt, I. L. 8-Oxychinaldin als Fällungsmittel in der Analyse 369.

Picotti, M., und Baldassi, K. Spurenanalyse von Wässern 241.

Pifer, C. W., und Wollish, E. G. Acidimetrische Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid 70. — Titrationen in Eisessig 70, 122.

Pinkus, A., und Martin, F. Fällungsbedingungen von Zink und Aluminium mit Kupferron 8, 9.

Pirlot, G., und Rouir, E. V. Farbreaktion von Vitaminen 398.

Pirt, S. J., und Chain, E. B. Serienbestimmung von organisch gebundenem Halogen 136.

Pisha, B. V., und Speier, D. Bestimmung von Natrium in biologischem Material 458.

Podojnikova, K. V., siehe Černyj, A. T.

Poethke, W. Einleitung in die chemische Analyse von Ludwig Medicus, II. Band: Kurze Anleitung zur Maßanalyse mit besonderer Berücksichtigung der Vorschriften des DAB 6 und des Erg. B. 6. 279 [L].

Poethke, W., und Trabert, H. Bestimmung geringer Alkaloidmengen 315.

Pohl, F. A. Extraktive Anreicherung von Spurenmetallen in der Spektralanalyse 424. — Methoden zur spektrochemischen Spurenanalyse. I. Zur Spurenanalyse von Wässern 241 [Or]. — II. Zur Spurenanalyse von pflanzlichen Materialien 423 [Or]. — Siehe auch Gorbach, G.

Pohorsky, J., siehe Jindra, A.

Poljak, L. Ja. Potentiometrische Zinkbestimmung als Cyanoferrat in Al-Legierungen 149.

Poljak, L. Ja., und Šemjakin, F. M. Potentiometrische Zinkbestimmung in Mg-Legierungen 149.

Polkinhorne, H., siehe Collins, G. C.

Pong, Ph., siehe Brochmann-Hanssen, E.

Popp, M. Bestimmung von citronensäurelöslicher Phosphorsäure 192.

Popp, M., Contzen, J., Hofer, H., und Mentz, H. Bestimmung von citronensäurelöslicher Phosphorsäure 192.

Portis, R. A., siehe Lazarow, A.

Postic, F., Courtois, J., und Rabaté, J. Erfassung von Alkohol durch Oxydation 294.

Potter, G. C., und Shellenberger, J. A. Chemische Methode der Bestimmung von Insektenteilen in Cerealien 66.

Pozzi-Escot, E. Nitratreaktion zum Nachweis von Estern der Salpetrig- und Salpetersäure 456. — Trennung von V und Fe mittels Alkalien 253.

Prasad Sen Sarma, K., siehe Gupta, J.

Pratt, H. K., siehe Young, R. E.

Prescott, W. B., siehe Seaman, W.

Přibil, R., und Kucharský, J. Bestimmung von Beryllium in Beryll 297.

Přibil, R., und Vorlíček, J. Trennung von Uran von anderen Elementen in Gegenwart von Komplexon III 130.

Price, H. P., siehe Phillipps, J. P.

Price, J. W., siehe Coppins, W. C.

Prieto-Bonza, A., siehe Bermejo-Martínez, F.

Pro, M. J., siehe Simonds, P. W.

Procházka, Ž., siehe Kořistek, S.

Pryor, M. G. M., siehe Hackmann, R. H.

Pucher, G. W., Leavenworth, C. S., und Vickery, H. P. Bestimmung von Stärke in Pflanzen 382.

Purr, A. Bestimmung von Peroxydase 352.

Purushottam, A., siehe Krishnamurty, K. V. S.

Putnam, G. L., siehe Boelter, E. D.

Putscher, R. E., siehe Laskowski, D. E.

Quaife, M. L., und Dju, M. Y. Bestimmung von Tocopherol 399.

Quaife, M. L., und Harris, P. L. Molekulardestillation von Tocopherol bei niedrigem Druck 399.

Quatinez, M., siehe Miller, W. L.

Quick, A. J. Extraktionsverfahren bei Glucuroniden 348.

Quill, L. L., siehe Gordon, L.

Raaflaub, J. Bestimmung von ionisiertem Calcium in biologischem Material. 155

Rabaté, J., siehe Postic, F.

Raben, M. S., siehe Astwood, E. B.

Räuchle, A., siehe Zahn, H.

Raff, P., und Brotz, W. Kaliumbestimmung als Tetraphenyloborat 446. — Waschflüssigkeit für Tetraphenylborkaliumfällung 165. — Siehe auch Wittig, G.

Rakestraw, N. W., siehe Gorgy, S.

Ramakrishnan, T. Colorimetrische Magnesiumbestimmung in Wasser auf Grund der Oxinfällung 450.

Ramon, D. Bestimmung von Glucose in Gegenwart von Maltose 294.

Ramsay, L. L., und Patterson, W. J. Chromatographische Trennung von Fettsäuren 120.

Rancke-Madsen, E. Reduktion von Sulfat- zu Sulfid-Ion mittels $SnCl_2$ 197.

Randall, H. M., siehe Fry, D. L.

Rappaport, F., und Eichhorn, F. Bestimmung von Nichtprotein-Stickstoff in Blut 460. — Colorimetrische Bestimmung von Glucose im Blut 74. — Titrimetrische Methode zur Bestimmung des Blutzuckers 75.

Rasmussen, R. S., siehe Brattain, B. B.

Rauterberg, E., und Kremkus, F. Bestimmung von Humus 384.

Rawson, S. G. Abtrennung von Calcium bei der Strontiumbestimmung 451.

Regan, C. McG., siehe Roberts, J. D.

Reichel, E. Umsetzung von Galliumkupferronat mit Ammoniak 5.

Reichstein, T., siehe Schindler, O.

Reid, E. E., siehe Meadoe, J. R.

Reid, V. W., und Truelove, R. K. Colorimetrische Bestimmung von verdünnten Alkoholen 225.

Reilley, C. N., siehe Cooke, W. D.

Reimann, W. Kaliumbestimmung in Blutserum mit Dipikrylamin 154.

Reimers, F. Bestimmung der p-Oxybenzoesäureester 387.

Reimers, H., siehe Lapp, H.

Reinhardt, C. Schwefelwasserstoffbestimmung mittels Jodid-Jodatlösung 198.

Rentz, J., siehe Jindra, A.

Renzi, D., siehe Intonti, R., sowie Muntoni, F.

Resch, H., siehe Fischer, R.

Revol, L., und Nouvel, G. Bestimmung der Gesamtalkaloide im Brechnußextrakt 317.

Riberdy, R., siehe Grant, G. A., sowie Katz, M.

Riddick, J. A., siehe Cundiff, R. H., sowie Fossum, J. H., und Jones, L. R.

van Riemsdijk, A. J., siehe Boelhouwer, C.

Rienäcker, G., siehe Zintl, E.

Riffart, H., siehe Strohecker, R.

Riffart, H., und Keller, H. Colorimetrische Bestimmung von Cholesterin 232.

Rist, C. E., siehe Mehltretter, C. L.

Ritsert, E. Farbreaktion auf Phenacetin 68.

Rizk, H. A. M., siehe el Wakkad, S. E. S.

Roberts, J. D., und Regan, C. McG. Analyse von Carbonsäuregemischen durch Messung der Reaktionsgeschwindigkeit mit Diphenyldiazomethan 140.

Roberts, J. D., und Watanabe, W. Analyse von Carbonsäuregemischen 140.

Roberts, J. D., Watanabe, W., und McMahon, R. E. Analyse von Carbonsäuregemischen 140.

Robey, R. F., Hudson jr., B. E., und Wise, H. K. Bestimmung von Acetylenverbindungen in Butadien und anderen C_4-Kohlenwasserstoffen 442.

Robinson, D., siehe Garton, G. A.

Robinson, R. H. Bestimmung organischer Basen in pharmazeutischem Material 317.

Rockland, L. B., Lieberman, J., und Dunn, M. S. Automatische Radioaktivitätsbestimmung von Papierchromatogrammen 216.

Roe, J. H. Zuckerreaktion 54.

Roe, J. H., Epstein, J. H., und Goldstein, N. P. Zuckerreaktion 54.

Röckel, I., siehe Sarreither, W.

Rogers, L. B., siehe Lord jr., S. S.

Rohner, K., siehe Gorbach, G.

Romanišina, E. v., siehe Babko, A. K.

Rona, P., und Kleinmann, H. Bestimmung der Größe von Proteinmolekülen 35.

Rorive, F., siehe Tollens, B.

Rosanow, S. N., und Kasarinowa, W. A. Nachweis von Nitrit mittels Sulfanilsäure 89.

Rosen, A. A., Sundstrom, K. V. Y., und Vogel, W. F. Chromatographische Trennung von 2,4-Dinitrophenolhydrazonen einiger substituierter Benzaldehyde 121.

le Rosen, A. L., siehe West, Ph. W.

Rosenheim, A., und Sorge, O. Verbindungen von Salicylsäure mit Titan 93.

Rosenkrantz, H., siehe Farber, M.

Rosenmund, K. W., und Grandjean H. H. Anwendung der Jodzahlbestimmungsmethode von Rosenmund-Kuhnhenn 453.

Rosenmund, K. W., und Kuhnhenn. Bestimmung der Jodzahl 453.

Ross, M. R., siehe Kibrick, A. C.

Roth, H. Colorimetrische Schwefelbestimmung 152. — Reduktion von Sulfat mittels K-Hypophosphit 197. — Siehe auch Kuhn, R.

Rotzer, R., siehe Merten, R.

Roughton, F. J. W., siehe Scholander, P. F.

Rouir, E. V. Bestimmung von Vitamin A und D nebeneinander 397. — Siehe auch Pirlot, G.

Routh, J. I., siehe Paul, W. D.

Royer, G. L., siehe Sundberg, O. E.

Ruchhoft, C. C., siehe Ettinger, M. B.

Rüdorff, W., und Zannier, H. Löslichkeitsprodukt von Tetraphenylboralkaliverbindungen 162. — Maßanalytische Bestimmung von K als Tetraphenylborkalium 175. — Waschflüssigkeit für Tetraphenylborkaliumfällung 165.

Ruf, F., siehe Schwiegk, H.

Ruf, W. Papierchromatographischer Nachweis von Fremdfarbstoffen in Wein 435.

Rugg, J. S., siehe Fackler, M. B.

Rump, E. S., siehe Ellenbogen, W. C.

Rupp, E., siehe Broeksmit, T. C. N.

Rusconi, Y., Monnier, D., und Wenger, P.-E. Bestimmung des Gehaltes von Tyrosin 140. — Siehe auch Wenger, P.-E.

Russel, W. W. Herstellung eines Nikkelkatalysators mit Thoriumgehalt 379.

Russow, F. K., siehe Täufel, K.

Rusznyak, St., siehe Szent-Györgyi A.

Ryan, W., und Williams, A. F. Chromatographische Isolierung von Uran aus Erzen 117.

Sabalitschka, Th. Bestimmung von p-Oxybenzoesäureester 387.

Sadler, P., siehe Täufel, K.

Saechtling. Analysengang für Kunststoffe 234.

Saifer, A., und Zymaris, M. C. Photometrische Mikrobestimmung der γ-Globuline des Menschen 76.

Saifer, A., Zymaris, M. C., und Berger, H. Bestimmung von γ-Globulin im menschlichen Serum 76.

Salera, U., und Tamburino, G. Bestimmung von Gesamteisen und radioaktivem Eisen in biologischem Material 156.

Salt, H. B. Fällung von Glucuronsäureverbindungen mit basischem Bleiacetat 349.

Salter, W. T., und McKay, E. A. Nomogramm zur colorimetrischen Jodbestimmung 73.

Salutsky, M. L., siehe Gordon, L.

Salvesen, B., siehe Wickström, A.

Sammons, H. G., siehe Meredith, P.

Samuelson, O. Ion exchangers in analytical chemistry 362 [L]. — Siehe auch Gabrielson, G.

Sanchez, J. A. Nitratreaktion zum Nachweis von Estern der Salpetrig- und Salpetersäure 456.

Sandell, E. B. Komplexstabilität und Extraktionskoeffizient bei der Spurenanalyse von Metallen in Wässern mittels Organokomplexen 242. — Siehe auch Kolthoff, I. M.

Sandelescu, G., siehe Girard, A.

Saneyoshi, S., siehe Neuberg, C.

Sanger, F. Bestimmung von Aminosäuren 158.

Sarreither, W., und Röckel, I. Polarimetrische Bestimmung von Glykogen 457.

Savage, H. L., siehe Wiseman, H. G.

Savage, R. I., siehe Buchan, J. L.

Sayers, G., siehe Sydnor, K. L.

Scandellari, G. Jodometrische Bestimmung von Phenacetin 68.

Scarisbrick, R. Bestimmung flüchtiger Fettsäuren im Blut 73.

Ščelkanovceva, A. Ja., siehe Čujko, V. T.

Schäfer, H. Verwendung eines Silberreduktors bei der Sulfattitration 412.

Schäfer, J., siehe Muthmann, W.

Schäfer, P., siehe Gorbach, G.

Schechter, M. S., und Hornstein, I. Bestimmung von Benzolhexachlorid 307.

Scheer, K. E., siehe Schwiegk, H.

Scheler, R., siehe Thaler, H.

Schenk, M. Reaktion von Salicylsäure mit Titan(IV)-salzen 92.

Schewket, O. Trennung gepaarter von freier Glucuronsäure 349. — Siehe auch Neuberg, C.

Schifferli, J., siehe Maron, T. U.

Schilow, E. Einrichtung zur Druckregulierung 223.

Schindler, O., und Reichstein, T. Lösungsmittelsysteme für die Papierchromatographie 215.

Schleicher, A. Katalyse und Induktion bei Redox-Titrationen. IV. Das Gesetz der chemischen Induktion 321 [Or]. — Spurenanalyse von Wässern 241.

Schmalfuß, H. Reaktion auf Ranzigkeit von Fetten 448.

Schmall, M., Wollish, E. G., und Galender, J. Bestimmung von Histamin mittels Nitranilsäure 391.

Schmeiser, K., siehe Schwiegk, H.

Schmieder, L., siehe Seifert, P.

Schmidt, H., und Dewald, W. Gravimetrische Bestimmung verschiedener Phosphate 361. — Siehe auch Dewald, W.

Schnürch, R., siehe Friedrich, A.

Schober, R., und Fricker, A. Bestimmung des Kaliumgehaltes in Milch 446.

Schoeller, W. R. Darstellung der Oxyde von Ti, Nb, Ta 50.

Schöniger, W. Modifikation der Mikrostickstoffbestimmung nach Dumas-Pregl. 132 — Siehe auch Flaschka, H., sowie Grunbaum, B. W.

Scholander, P. F., Claff, L. C., Andrews, J., und Wallach, D. F. Volumetrische CO_2-Bestimmung in biologischem Material 460.

Scholander, P. F., und Roughton, F. J. W. Mikrobestimmung von Blutgasen 459. — Siehe auch Kinoshita, J. H.

Scholten, H. G., und Stone, K. G. Bestimmung primärer aromatischer Amine 228. — Siehe auch Stone, K. G.

Schoorl, N. Spurenanalyse von Wässern 241.

Schrenk, H. H., Pearce, S. J., und Yant, W. P. Bestimmung von Benzolspuren in Blut 462.

Schubert, A., siehe Faschalek, J.

Schubert, G., siehe Schwiegk, H.

Schudel, siehe Willstätter.

Schütze-Unterzaucher. Direkte Sauerstoffbestimmung in Kohlen 379.

Schulek, E. Mikrobestimmung von elementarem Schwefel und von Polysulfidschwefel 21.

Schulek, E., und Körös, E. Beiträge zur Chemie des Selens und seiner Verbindungen. I. Jodometrisches Verfahren zur Bestimmung kleiner Mengen Selen über Bromcyan 20 [Or]. — Jodometrische Bestimmung von Schwefel und Polysulfidschwefel 21.

Schulman, J. H., Battey, H. B., und Jelatis, D. G. Verhältnis zwischen Diffusions- und Spitzenstromstärke in der Polarographie 204.

Schulz, H.-G. Bestimmung von Tocopherol in Serum 398.

Schwaibold, J., und Kohler, M. Kalium- und Ammoniumbestimmung mittels Tetraphenylbornatrium bei der Untersuchung von Düngemittel 153. — Siehe auch Kohler, M.

Schwarting, A. E., siehe Varma, K. C.

Schwarzenbach, G., und Ackermann, H. Dissoziationskonstanten der Versensäure 337. — Gleichgewichte bei der Komplexbildung mit Versenat 337. — Massenwirkungskonstanten 401.

Schwarzenbach, G., und Gysling, H. Murexid als Indicator bei Titrationen mit Komplexon 148, 295. — Spektrophotometrische Bestimmung von Calcium 155.

Schwarzenbach, G., und Heller, J. Reaktionsgleichgewicht bei Metallbestimmungen mittels Versenat 338. — Siehe auch Biedermann, W., sowie Gysling, H.

Schwiegk, H. (und Mitarb.) Künstliche radioaktive Isotope in Physiologie, Diagnostik und Therapie 362 [L].

Scott, R. O., siehe Mitchell, R. L.

Seaman, W., Woods, J. T., Prescott, W. B., und McComas jr., W. H. Colorimetrische Bestimmung von m-Aminophenol in p-Aminosalicylsäure 313.

Šedivec, V., siehe Vašák, V.

Seekles, L., siehe Smeets, W. Th. G. M.

von Segesser, A., siehe Stüpel, H.

Seifert, P., und Schmieder, L. Bestimmung von Kohlenoxyd im Blut 320.

Seith, W., und Kottmann, A. Vergleich spektrochemischer Analyse mit der allgemeinen Analyse 365.

Seitz, W., und Eberhard, W. Bestimmung von Eiweiß in Blutserum 159.

Seligson, D., und Shapiro, B. Chromatographische Bestimmung von α-Ketosäuren in Blut und Urin 212.

Šemjakin, F. M., siehe Poljakin, L. Ja.

Senju, R. Titrimetrische Bestimmung von Ligninsulfonsäure in Sulfitzellstoffablauge 455.

Serger, H. Nachweis beginnender Zersetzung bei Fleisch und Fleischwaren 447.

Seymour, D. E., siehe Oberweger, K. H.

Shapiro, B., siehe Seligson, D.

Shapiro, I. M., siehe Weichselbaum, T. E.

Sharp, L. K. Bestimmung von p-Oxybenzoesäuremethylester bzw. -propylester 386.

Shaw, J. A. Colorimetrische Bestimmung von Phenol in Abwässern mit 4-Aminoantipyrin 57.

Shaw, R. F., und Adams, S. R. Alterungsteste für Gummimischungen 59.

Shaw, W. H. C., und Wilkinson, G. Colorimetrische Bestimmung von Proflavin 318.

Sheehan, F., siehe Kuck, J. A.

Shelberg, E. F. Mikrobestimmung von Stickstoff nach Dumas 289.

Shellenberger, J. A., siehe Potter, G. C.

Sherrill, R. E., siehe Desha, L. J.

Sherwood, G. R., siehe Gump, J. R.

Shettles, L. B., siehe Dische, Z.

Shirley, E. L., siehe Pepkowitz, L. P.

Sierra, F., und Carpena, O. Potentiometrische Bestimmung von Bromiden mit Quecksilbersalzlösung 440.

Sijderius, R. Bestimmung der Kalk- und Magnesiahärte von Wasser durch Komplexontitration 284.

Sille, G., siehe Tafel, V.

Simmonite, D., siehe Oberweger, K. H.

Simmons, B. J., siehe Miller, E. C.

Simmons, L. M., siehe Bosson, G.

Simonds, P. W., und Pro, M. J. Chromatographische Bestimmung von Traubenwein bei Gegenwart von Obstwein 229. — Siehe auch Hamill, K. G.

Simonsen, S. H. Bestimmung von Vanadin neben großen Mengen Uran 438.

Simonsen, S. H., und Booth, M. H. Einfluß des Säuregrades auf die Mitfällung von Kobaltsulfid mit ausfallendem Zinn(IV)-sulfid 437.

Sinabell, J., siehe Ballczo, H.

Sinex, F. M., siehe van Slyke, D. D.

Širjaeva, T. M., siehe Oks, P. S.

Sjoberg, J. W., siehe Conrad, F. H.

Skupp, S. J., siehe Kibrick, A. C.

Slade, R. E. Löslichkeit der Isomeren von Hexachlorcyclohexan 309.

Slevogt, K. E. Bestimmung von Wasser durch Messung der Dielektrizitätskonstante 143.

van Slyke, D. D. Bestimmung von Stickstoff 35.

van Slyke, D. D., Sinex, F. M., und MacMullen, J. Bestimmung synthetischer Polyglucose im Blut und Urin 75.

Smales, A. A., und Pate, B. D. Bestimmung kleinster Mengen Arsen durch Neutronen-Aktivierungsanalyse 205. — Anwendung zur Arsenbestimmung in biologischem Material (Harn, Fingernägeln, Blut, Organen usw.) 207. — Anwendung zur Arsenbestimmung in Meerwasser 206.

Small, L. D., Dusenberry, J. E., und Gloor, W. T. Bestimmung von Carvon in Krauseminzenöl 395.

Smeets, W. Th. G. M., und Seekles, L. Bestimmung von Calcium in Milchultrafiltrat 295.

Smith, A. M., und Agiza, A. H. Colorimetrische Bestimmung der Aminosäuren mit Hilfe der Ninhydrinreaktion 142.

Smith, D. M. Herstellung und analytische Kontrolle von Kupfer-Eichproben 365.

Smith, E. F. Elektrolytische Trennung von V und Fe 253. — Siehe auch Kollock, L. G.

Smith, G. F., McCurdy jr., W. H., und Diehl, H. Colorimetrische Eisenbestimmung in Trink- bzw. Rohwasser 234. — Siehe auch Butler, M. J., sowie Duke, F. R.

Smith, H. W. Bestimmung von Alkohol in biologischen Flüssigkeiten 74.

Smith, J. H., und Talbot, J. H. Bestimmung von Salicylat in Serum und Plasma 158.

Smith, R. E., siehe Taylor, J. K.

Smith, R. G., Boyle, A. J., Fredrick, W. G., und Zak, B. Spektrographische Bestimmung kleiner Mengen Beryllium in Urin und in der Luft 108.

Sobel, A. E., Drekter, I. J., und Natelson, S. Cholesterinbestimmung als Pyridincholesterylsulfat 77.

Sobel, A. E., Goodman, J., und Blau, M. Mikrobestimmung von Cholesterin im Blutserum 77.

Sobel, A. E., und Hanok, A. Ultramikroanalysen im klinischen Laboratorium 457.

Sobel, A. E., und Werbin, H. Farbreaktion von Vitamin A 397.

Solomos, G. J. Bestimmung von Glucose im Blut 461.

Soloway, S., und Wilen, S. H. Verbesserung des Eisenchloridtestes auf Phenole 444.

Sommereyns, Gh., siehe Lacourt, A.

Songa, T., siehe Arreghini, E.

Soos, E. Erfassung von Glucosiden nach der Digitoxosemethode 391.

Sorge, O., siehe Rosenheim, A.

Sosnovsky, B. A. Bestimmung von metallischem Eisen in Eisenerzen 300.

Spacu, P. Gallussäure als Tüpfelindicator 130.

Spadinger, E., siehe Birdsall, C. M.

Speier, D., siehe Pisha, B. V.

Spier, H. W. Cerimetrisches Verfahren zur Bestimmung von K als Tetraphenylborkalium 175. — Waschflüssigkeit für die Tetraphenylborkaliumfällung 165.

Spiteri, J., und Nunez, G. Papierchromatographische Bestimmung fettlöslicher Verbindungen 212.

Sprague, J. M., Land, A. H., und Ziegler, C. Darstellung von 2-Amino-4-chlormethylthiazolhydrochlorid (Chrysean) 91.

Spurný, K., siehe Tomíček, O.

Staats, F. C., siehe Aluise, V. A.

Stadler, A., siehe Lacourt, A.

Stagg, H. E. Gravimetrische Bestimmung von Isocyanat 379.

Stagno d'Alcontres, G., siehe Monforte, F.

Standaert, G., siehe Gillis, J.

Starke, K., siehe Schwiegk, H.

Staudinger, Hj. Polarimetrische Bestimmung von Glykogen 457.

St. Clair Gantz, E., siehe Clair Gantz, St., E.

van Steenis, J., siehe Boelhouwer, C.

Steigman, J., siehe Atkinson, R. H.

Stein, W. H., siehe Moore, S.

Steinbach, J., und Freiser, H. Herstellung von Normallösungen 431.

Steinhäuser, K. Bestimmung von Zink in Aluminium 15.

Stenger, E.-G. Milchsäurebestimmung in Gegenwart von Adrenalin 157.

Stenhagen, E., siehe Kirsten, W.

Stephan, H., siehe Lang, W.

Stern, K., siehe Battelli, H.

Sterner-Rainer, R., und Zartmann, A. Bestimmung von Zink in Aluminium 15.

Stewart, F. N., und Strode jr., C. W. Prüfung pharmazeutischer Chemikalien auf Schwermetallverunreinigungen 384.

Steyermark, A., Bass, R., und Littmann, B. Bestimmung von Schwefel in Sulfanilamid 291.

Steyermark, A., und Faulkner, M. B. Mikroanalytische Bestimmung von Chlor und Brom 137.

Steyermark, A., McNally, M. J., Wiseman, W. A., Nivens, R., und Biava, F. P. Automatisierter Ofen zur Mikroelementaranalyse von Sauerstoff 288.

Stiff, H. A., und Castillo, J. C. Bestimmung von DDT 309.

Stillman, J. W., siehe Hale, A. H.

Stitt, F., Tjensvold, A. H., und Tomimatsu, Y. Bestimmung von Äthylen 229.

Stock, F. G., siehe Bagnall, H. H.

Stock, J. T., und Heath, P. Mikroschwefelwasserstoffapparat mit hohem Druck 288. — Schwefelwasserstoffapparat mit geringem Druck 288.

Stoldt, W. Vereinheitlichung der Fettbestimmung in Lebensmitteln 295.

Stone, K. G., und Scholten, H. G. Deutung des „Dead-stop"-Endpunktes bei elektrometrischen Titrationen 115. — Siehe auch Scholten, H. G.

Stone, S. S., siehe Wiseman, H. G.

Straßberger, L., und Vonesch, E. E. Nachweis von Khellin 318.

Straub, W. Fraktionierte Extraktion von Glucosiden 391.

Strickland, J. D. H., siehe Adam, J. A.

Strode jr., C. W., siehe Stewart, F. N.

Strohecker, R., und Müller, H. Nachweis von Stechapfelsamen in Buchweizenmehl 445.

Strohecker, R., Riffart, H., und Haberstock, J. Spurenanalyse von Wässern 241.

Strohecker, R., Vaubel, R., und Kirchberg, H. Nachweis der Zersetzung von Fleisch mittels der „Oxydationszahl" 447.

Strong, F. C. Theoretische Grundlagen des Bouguer-Beerschen Absorptionsgesetzes 112.

Stross, W., und Stross, G. Schnellbestimmung von Kobalt in Al-Legierungen mittels Nitroso-R-Salz 372. — Siehe auch Clark, J.

Stross, G., siehe Stross, W.

Struwe, H. Bestimmung von Peroxydase nach der Purpurogallinmethode 352.

Stubbs, A. L., siehe Dogson, K. S., sowie Morton, R. A.

Stüpel, H., und von Segesser, A. Bestimmung der waschaktiven Substanz 454.

Sturtevant, J. M., siehe Bogan, S.

Suarez, C., O'Connor, R. T., Field, E. T., und Bickford, W. G. Bestimmung von freiem und gebundenem Sesamin in Sesamöl und Sesaminkonzentraten 154.

Sudilovskaja, E. M. Bestimmung von Gold in Goldcyanidelektrolyten 303.

Sudô, E., siehe Gotô, H.

Suk, V., siehe Tomíček, O.

Sullivan, M. S. Naphthochinonsulfonsäure zur Colorimetrierung von Cystin und Cystein 264.

Sullivan, M. X., und Hilmer, P. Reagens auf Guanidin 314.

Sumner, J. B. Colorimetrische Zuckerbestimmung mit 3,5-Dinitrosalicylsäure und Phenol 53. — Darstellung des Dinitrosalicylsäure-Phenol-Reagenses 54.

Sundberg, O. E., und Royer, G. L. Bestimmung von Schwefel in Sulfanilamid 291.

Sundstrom, K. V. Y., siehe Rosen, A. A.

Sutra, R. Verhalten der Stärkearten gegenüber Röntgenstrahlen 231.

Suzuki, Sh., siehe Gotô, H.

Švarc, D. M., siehe Černobrov, S. M.

Svensson, C. Trennung von V und Fe mittels Alkalien 253.

Sventickij, N. S., siehe Borzov, V. P.

Swain, M. L., siehe Willits, C. O.

Sweet, T. R., siehe Harris, W. F.

Swick, R. W., und Baumann, C. A. Bestimmung von Tocopherol in tierischem Material 399.

Swift, E. H., siehe Dodson, P. W.

Swigert, G. F., siehe Kuck, J. A.

Sydnor, K. L., und Sayers, G. Bestimmung des andrenocorticotropen Hormons (ACTH) im Blut 79.

Syrokomskij, V. S., und Bondareva T. N. Bestimmung von Sauerstoff in Wasser 55.

Szent-Györgyi, A., und Rusznyak, St. Bestimmung von Flavonolen 390.

Täufel, K., Sadler, P., und Russow, F. K. Verderbnisreaktion auf die Zersetzung im Fleisch 447.

Täufel, K., und Thaler, H. Salicylaldehydreaktion auf Ranzigkeit 448.

Tafel, V., und Sille, G. Trennungsgang zur Analyse von zinkhaltigen Produkten 298.

Talbot, J. H., siehe Smith, J. H.

Talbot, N. B., Butler, A. M., und MacLachlan, E. A. Bestimmung der 17-Ketosteroide 400.

Talbot, N. B., Butler, A. M., MacLachlan, E. A., und Jones, R. N. Bestimmung der 17-Ketosteroide 400. — Siehe auch Zygmuntowicz, A. S.

Tamburino, G., siehe Salera, U.

Tanaka, M., siehe Hozami, K.

Taneri, B. Gallussäure als Tüpfelindicator 130.

Tanimura, A., siehe Akiya, Sh.

Taras, M. Anwendung von Brillantgelb zur colorimetrischen Mg-Bestimmung 57.

Tarasova, L. S., siehe Mitrošina, A. V.

Taylor, J. K., Smith, R. E., und Cooter, I. L. Verhältnis zwischen Diffusions- und Spitzenstromstärke in der Polarographie 204.

Tchakirian, A., und Bévillard, P. Germaniumreaktionen mit Phenolen 217.

Telep, G., und Boltz, D. F. Ultraviolettspektrophotometrische Bestimmung von Kobalt 440.

Temple, R. B. F., siehe Kingsbury, G. W. J.

Tewari, J. D., siehe Misra, A. L.

Thaler, H., und Scheler, R. Chromatographische Trennung von Teerfarbstoffen und Annatto in Fetten 446. — Siehe auch Täufel, K.

Theorell, H. Einfluß von Cyanid auf die Katalase 275.

Thinius, K. Analytische Chemie der Plaste (Kunststoffanalyse) 233 [L].

Thomas, W. A., siehe Looney, W. B.

Tillmans, J., Hirsch, P., und Kuhn, A. Bewertung der Zersetzung bei Fleisch 447.

Tillmans und Olszewski, Untersuchung von Wasser 448.

Tillson, A. H., Eisenberg, W. V., und Wilson, J. B. Kristallographische Identifizierung von mit Reinecke-Salz gefällten quaternären Ammoniumbasen 228.

Tiselius, A., siehe Hagdahl, L.

Tiselius, R., und Henschen, H. Pepsin, eine homogene Proteinkomponente 34.

Tjensvold, A. H., siehe Stitt, F.

Todd, A. R., siehe Hackmann, R. H.

Töller, W. Sauerstoffbestimmung im Wasser 183.

Tollens, B. Erfassung von Glucuronsäure mittels Naphthoresorcin 340.

Tollens, B., und Rorive, F. Glucuronnachweis mittels Naphthoresorcin340.

Tomíček, O. Titration von Sulfonamiden in wasserfreier Essigsäure 122.

Tomíček, O., und Holeček, V. Nachweis und Bestimmung von Niob und Tantal mittels Morin und Quercetin 51.

Tomíček, O., und Jerman, L. Colorimetrische Bestimmung von Nb, Ta, Ti 50.

Tomíček, O., und Spurný, K. Bestimmung von Ti, Nb, Ta in Stahl oder Mineralien 50. — Elektroreduktion und oxydimetrische Bestimmung von Niobium 48. — Volumetrische Bestimmung von Titan neben Niobium und Tantal 49.

Tomíček, O., und Suk, V. Entwicklung und Verwendung von Fluorescenzindicatoren 124.

Tomimatsu, Y., siehe Stitt, F.

Tompkins, E. R. Bericht über die Anwendung des Ionenaustausches in der Analyse 431.

Tooley, F. V., siehe Fryling, C. F.

Toribara, T. Y., und Chen jr., P. S. Abtrennung von Beryllium aus biologischem Material 319.

Toschi, G., siehe Cavallini, D.

Trabert, H., siehe Poethke, W.

Traube, A. Nachweis von Nitrit durch Kondensationsreaktion mit 2,4-Diamino-6-oxypyrimidin 89.

Trautz, O. P. Fehler bei der Mikrostickstoffbestimmung nach Dumas 132.

Tréfouel, J. Verhalten von Farbstoffen gegen Fermente 271.

Triche, H., siehe Brustier, V.

Trtílek, J., siehe Dubský, J. V.

Truelove, R. K., siehe Reid, V. W.

Truffert, L. Colorimetrische Bestimmung von Benzolspuren in Blut 462.

Truhaut, R., siehe Fabre, R.

Tsalapatani, L. Nachweis von Methylamin mit Tetrachlorchinon 72.

Tscheche, R. Fluorescenzreaktion für Dianhydrogitoxigenin 71.

Tuffly, B. L., siehe Ayres, G. H.

Twiselton, M. S., siehe Fancutt, F.

Udenfriend, S., und Cooper, J. R. Bestimmung von Tyrosin und Tyramin 457.

Ulevitch, J. N., siehe Maron, S. H.

Ungar, G., Damgaard, E., und Wong, W. K. Bestimmung von Salicylsäure in Serum 158.

Vail, W. A., und Bricker, C. E. Bestimmung von Dihydrostreptomycin und Mannosidostreptomycin 392.

Valdman, V. L., Fomina, A. M., und Bondarevskaja, E. A. Sauerstoffbestimmung in Rückständen von Verbrennungsmotoren 64.

Valentin, J., und Brodersen-Kirchübel, G. Adsorptionschromatographische Trennung einiger Antipyretica 283. — Verfahren zur chromatographischen Trennung farbloser Verbindungen 283.

Valentin, J., und Wagner, G. Bestimmung der Flavonole und Flavonolglucoside in Polygonum hydropiper L. 390.

Valov, P. Entfernung von Verunreinigungen vor dem Barbituratnachweis 464.

Vandenheuvel, F. A., und Hayes, E. R. Säulenchromatographische Trennung von Fettsäuren 120.

Vannotti, A., siehe Schwiegk, H.

Vanossi, R. Nachweisverfahren für Wolfram neben anderen Elementen 221.

Varma, K. C., Burt, J. B., und Schwarting, A. E. Chromatographische Trennung verschiedener Terpene an aktiver Kohle 119.

Vašák, V., siehe Šedivec, V. Nachweis und colorimetrische Bestimmung von Arsen 218.

Vaubel, R., siehe Strohecker, R.

van Veersen, G. J., siehe Kögl, F.

Velluz, L., siehe Leulier, A.

Venkateswarlu, Ch., siehe Krishnamurty, K. V. S.

Verley, A., und Bölsing, F. Bestimmung der Acetylierungszahl zur Untersuchung von Glykolen usw. 263.

Vespe, V., und Fritz, J. S. Bestimmung von Barbituraten und Sulfonamiden durch Titration in wasserfreier Lösung 388.

Vick, M. M., siehe West, Ph. W.

Vickery, H. P., siehe Pucher, G. W.

Violante, C., und Imbrici, D. Bestimmung flüchtiger Säuren im Wein 293.

Virtanen, A. I., siehe Miettinen, J. K.

Vogel, W. F., siehe Rosen, A. A.

Vogt, H. Alkaloidbestimmung durch Reineckatfällung 316.

Vogt, H., Feldmann, K., und Grandjean, H. H. Bestimmung des Alkaloidgehaltes in Lobeliablättern 316.

Vogt, H., und Heemann, I. Bestimmung einiger Analgetica mit Reinecke-Salz 394.

Voigt, G. E., siehe Gottwald, E.

Vonesch, E. E., siehe Strassberger, L.

Voris, L., Ellis, G., und Maynard, L. A. Alkoholbestimmung mit der Perjodatmethode 226.

Vorlíček, J., siehe Přibil, R.

Votoček, B. Bestimmung von Chlor in organischen Verbindungen 136.

Wadelin, C., und Mellon, M. G. Absorptiometrische Bestimmung von Arsen im UV-Licht 218.

de Wael, J. Bestimmung von Radio-Kobalt in biologischem Material 281.

Waghorne, D., und Ball, Ch. D. Bestimmung von Phytosterinen 383.

Wagner, G., siehe Valentin, J.

Wagner, W. F., und Wuellner, J. A. Bestimmung von Barium aus homogener Lösung mittels Amidosulfonsäure 45.

Wagner, W. F., Wuellner, J. A. und, Feiler, C. E. Amidosulfonsäure als Urtitersubstanz in der Alkalimetrie 285.

el Wakkad, S. E. S., und Rizk, H. A. M. Potentiometrische Bestimmung von Wolfram 221.

Walaszek-Piotrowski, C. J., und Koch, F.C. Jodbestimmung in Schilddrüsen von Küken 73.

de Wald, A. E., siehe Bailey, S. D.

Waldschmidt-Leitz, E., und Gauß. K. Bestimmung endständiger Aminosäuren in Peptiden 158.

Walker, A. D., siehe Emery, W. B.

Walker, J. K., siehe Merritt, L. L.

Wall, M. E., und Kelley, E. G. Extraktion und Reinigung von Pflanzenmaterial 383.

Wallach, D. F., siehe Scholander, P. F.

Wallrabe, C. Jodometrische Bestimmung von Coffein 315.

Walravens, J. Austauschchromatographie von Ionen auf phosphatimprägniertem Papier 215.

de Walt jr., C. W., siehe Glenn, R. A.

Walter, W., siehe Heyns, K.

Wandrowski, B., siehe Alten, F.

Wankmüller, A. Bestimmung von Novocain 389.

Wantier, G., siehe Lacourt, A.

Warfield, P. F. Nachweis hochaktiver Methylengruppen 224.

Warrington, H. P., siehe Fairing, J. D.

Warshowsky, B., und Elving, P. J. Bestimmung von 1,2-Propylenglykol in Äthylenglykol 442.

Waser, P. G., siehe Schwiegk, H.

Washburn, H., und Krueger, E. O. Bestimmung von Strychnin und Chinin in pharmazeutischem Material 316.

Wasicki, Reaktion auf Atropin 445.

Wasicky, R. Destillationsapparat zur Bestimmung von ätherischem Öl 396.

Watanabe, W., siehe Roberts, J. D.

Waterman, H. I., siehe Boelhouwer, C.

Watson, A. T. Bestimmung der Gesamtaromate in Schweröldestillaten 306.

Webb, J. W., Kelley, R. S., und Mc Bay, A. J. Colorimetrierung von Pilocarpin und seinen Salzen 391.

Weber, H., siehe Willstätter, R.

Weed, L. H., siehe Gooch, F. A.

Wegner, E. Bestimmung herzwirksamer Glucoside von Digitalis purpurea 391. — Nachweis von Ascaridol 395. — Nachweis von Ascaridol in Chenopodiumöl 394. — Photometrische Bestimmung von Glucosiden 391.

Weibull, M. Unschädlichmachung des Einflusses von SiO_2 bei der Phosphorsäurebestimmung 192.

Weichselbaum, T. E., und Shapiro, I. M. Colorimetrierung von Salicylsäure mittels des Folin-Ciocalteu-Reagenses 158.

Weiland, B., siehe Alten, F.

Weissmann, G. Bestimmung von Phenacetin durch Acidimetrie 68.

Wellington, E. F. Ultramikromethode zur papierchromatographischen Bestimmung von Aminosäuren 213.

Wells, J. C. Fehlerquellen beim Gebrauch des Silberreduktors 222. — Siehe auch Bumstead, H. E.

Wells, R. A., siehe Burstall, F. H.

Wenger, P.-E., und Monnier, D. Bestimmung von Chrom in Leder 311.

Wenger, P.-E., Monnier, D., und Rusconi, Y. Bestimmung von Chrom 311. — Siehe auch Rusconi, Y.

Wennesland, R. Maßanalytische Bestimmung von Kohlenoxyd im Blut 460.

Werbin, H., siehe Sobel, A. E.

Werner, E. A. Methylierung von organischen Farbstoffen 30.

West, Ph. W., und Hamilton, W. C. Tüpfelreaktion auf Antimon 129.

West, Ph. W., Vick, M. M., und le Rosen, A. L. Qualitative analysis and analytical chemical separations 361 [L].

Westerhoff, H. Colorimetrische Humusbestimmung im Boden 384.

Weston, R. S. Nachweis von Nitrit mittels α-Naphthylamin 89.

Wetlesen, C.-U., siehe Gran, G.

Weygand, F., und Csendes, E. Nachweis von Vitamin C als Titan(IV)-Komplex 263.

de Whalley, H. C. S., Albon, N., und Groß, D. Chromatographische Raffinosebestimmung 209. — Papierchromatographische Bestimmung von Zuckern 211.

White, J. U. Flammenphotometer 203.

Whitnack, G. C., und St. Clair Gantz, E. Quantitative Extraktion von Weichmachern aus Celluloseacetaten 455.

Wiberg, E. Anorganische Chemie (Hollemans Lehrb. d. Chemie, I) 107 [L].

Wiberg, E., und Bauer, R. Fällung leicht filtrierbarer Sulfidniederschläge mittels Ammoniumthiocarbaminat 368.

Wickbold, R. Bestimmung der waschaktiven Substanz von Alkylarylsulfonaten und Fettalkoholsulfonaten 454. — Photometrische Sulfattitration 62.

Wickert, K. Bestimmung von Sauerstoff in Wasser mittels der Tolidin-Rhodanid-Methode 181.

Wickert, K., und Ipach, E. Die Sauerstoffbestimmung in Wässern bei Ab- und Anwesenheit von aktiven Reduktionsmitteln 181 [Or].

Wickström, A., und Salvesen, B. Papierchromatographischer Nachweis einiger sympathicomimetischer Amine 215.

Wiesenberger, E. Bestimmung von C-Methylgruppen 376.

Wildenstein, R. Maßanalytische Bestimmung von Sulfat 412.

Wilen, S. H., siehe Soloway, S.

Wilkinson, G., siehe Shaw, W. H. C.

Willard, H. H. Übersicht über Fällungsmethoden aus homogener Lösung 44.

Willard, H. H., und Ayres, G. H. Colorimetrische Bestimmung von Kobalt 440.

Willard, H. H., und Freund, H. Trennung Hafnium-Zirkonium durch fraktionierte Fällung aus homogener Lösung 44.

Willard, H. H., und Gordon, L. Bestimmung von Thorium und seltenen Erden in Monazitsand durch Fällung aus homogener Lösung 45.

Willard, H. H., und Hahn, R. B. Bestimmung von Zirkonium durch Fällung aus homogener Lösung 44.

Willard, H. H., und Horton, Ch. A. Bestimmung kleiner Fluormengen 439.

Willard, H. H., und Winter, O. B. Freilegung von Fluor-Ion durch Destillation 439. — Wasserdampfdestillation zum Zwecke der Fluorbestimmung 222. — Siehe auch Bickerdike, E. L.

Williams, A. F. Chromatographische Bestimmung von Th und U in Erzen und Mineralien mittels der „Verbundsäule" 117. — Siehe auch Ryan, W.

Williams, D. C., siehe Butt, W. R.

Williams, K. T. Klärung von Blätterextrakten zur Zuckerbestimmung 382.

Williams, R. J. P., siehe Hagdahl, I.

Williams, R. T., siehe Dogson, K. S., sowie Garton, G. A., und Hanson, S. W. F.

Williamson, A. G. Bestimmung von Isocyanat in Gummibindemitteln 378.

Willits, C. O., Swain, M. L., und Ogg, C. L. Analyse von Rohkautschuk mittels des Bromierungsverfahrens 378. — Siehe auch Ogg, C. L.

Willstätter, R. u. Mitarb. Bestimmung von Amino- bzw. Carboxylgruppen durch Titration, die beim Ablauf vom Eiweißabbau frei werden 35.

Willstätter, R., und Schudel, Bestimmung von Glucose 293.

Willstätter, R., und Weber, H. Bestimmung von Peroxydase nach der Malachitgrünmethode 352.

Wilson, J. B. Bestimmung von quaternären Ammoniumverbindungen 228. — Siehe auch Tillson, A. H.

Wingler, A. Cancerogene Eigenschaften von β-Naphthylamin 277. — Siehe auch Hecht, G.

Winter, O. B., siehe Willard, H. H.

Winteringham, F. P. W., Haarrison, A., und Bridges, R. G. Kombinierte radiochemische und chromatographische Technik 215.

Wintrobe, M. M., siehe Gubler, C. J.

Wise, H. K., siehe Robey, R. F.

Wiseman, H. G., Stone, S. S., Savage, H. L., und Moore, L. A. Wirkung von Celiten auf Carotin und Lutein 121.

Wiseman, W. A., siehe Steyermark. A.

Wittig, G., und Raff, P. Fällung von K, Rb, Cs mittels Tetraphenylbornatrium 161.

Wittmann, G. Titration organischer Stickstoff-Verbindungen in Eisessiglösung 123.

Wohl, A. Eigenschaften von Kupferron 2.

Wojahn, H. Bestimmung der Senföle 312. — Bestimmung von Thiosemicarbazid 312. — Hypojodittitration von Thioharnstoffderivaten 312. — Nachweis und Bestimmung von Pyridinhydraziden, insbesondere Isonicotinsäurehydrazid 396.

Wolf, H. P., siehe Schwiegk, H.

Wolfarth, J. S., siehe Glenn, R. A.

de Wolff, C. J. Analysengang zum Nachweis von Barbitalen 72.

Wolff, Gravimetrische Bestimmung des Fettgehaltes 397.

Wolff, R., und Paysant, P. Bestimmung der Adenosintriphosphorsäure im Blut 158.

Wollish, E. G., siehe Pifer, C. W. — Siehe auch Schmall, M.

Wong, W. K., siehe Ungar, G.

Wood, A. A. R., siehe Haywood, F. W.

Wood, L. A., siehe Arnold, A.

Wood, M., siehe Zygmuntowicz, A. S.

Woods, J. T., siehe Seaman, W.

World Health Organization, Pharmacopoea Internationalis. Supplement 2 67 [L].

Wroczynski, A. F., siehe Gordon, L.

Wu, H., siehe Folin, O.

Wuellner, J. A., siehe Wagner, W. F.

Wüstenfeld, H., und Haeseler, G. Trinkbranntweine und Liköre, ihre Herstellung, Untersuchung und Beschaffenheit 292 [L].

Wuite, A., siehe van Arkel, C. G.

Wunderly, Ch. Theorie der Eiweißfarbstoffbindung 34.

Wuth, O. Bromidbestimmung in biologischem Material 461.

Wuth, O., und Hennicke, A. Bromidbestimmung in biologischem Material 461.

Yant, W. P., siehe Schrenk, H. H.

Young, D. A., siehe Moore, R. T.

Young, R. E., Pratt, H. K., und Biale, J. B. Bestimmung kleiner Mengen von Äthylen an reifenden Früchten 229.

Young, R. L., siehe Burke, M. M.

Zacherl, M. K., und Krainick, H. G. Bestimmung von Chlor in organischen Substanzen 68.

Zahn, H., und Räuchle, A. Papierchromatographischer Nachweis von Methylolphenolen 214.

Zajčikova, L. B., siehe Fajnberg, S. Ju.

Zak, B., und Boyle, A. J. Bestimmung von organisch gebundenem Jod in organischen Präparaten 385. — Siehe auch Smith, R. G.

Zanini, G. Quantitative spektrographische Analysenverfahren mit dem Hilger-Spektrographen (E 492) 363.

Zannier, H., siehe Rüdorff, W.

Zartmann, A., siehe Sterner-Rainer, R.

Zaukelies, D., und Frost, A. A. Automatisch aufzeichnendes Differentialrefraktometer 283.

Zeile, K. Gewinnung von Katalase aus Pferdeleber und aus Steinpilzen 268.

Zemek, F., siehe Jantsch, G.

Zenno, E. E., siehe Madigan, J. J.

Zerban, K., siehe Diemair, W.

Ziegler, C., siehe Sprague, J. M.

Ziegler, M., und Glemser, O. Colorimetrische Bestimmung von Titan mit Sulfosalicylsäure 92 [Or].

Zimmermann, M. Bestimmung von Sauerstoff in Wasser mittels der Tolidin-Methode 181.

Zimmermann, W. Bestimmung der 17-Ketosteroide 78.

Zincke, T. Reaktion primärer aromatischer Amine mit Bromcyan und Pyridin 81.

Zintl, E., und Rienäcker, G. Bereitung von Chrom(II)-chloridlösung zu Titrationszwecken 222.

Živopiscev, N. P. Bestimmung von Cadmium mittels Diantipyrylmethan 127.

Žuravskaja, V. I. Bestimmung von MnO, Al_2O_3 und P_2O_5 in Siemens-Martin-Schlacken 302. — Photocolorimetrische Bestimmung von Si in Stahl 145.

Zygmuntowicz, A. S., Wood, M., Christo, E., und Talbot, N. B. Bestimmung der 17-Ketosteroide 400.

Zýka, J., siehe Jindra, A., sowie Kalvoda, R.

Zymaris, M. C., siehe Saifer, A.

Sachverzeichnis.

(Die Salze sind bei den betreffenden Metallen zu suchen.
Die mit [L] bezeichneten Stellen sind Literaturbesprechungen.)

Abwasser, siehe Wasser.

Acet-4-chloranilid, Bestimmung in Phenacetin, Überführung in Chlorid und Titration mit Quecksilber(II)-nitrat 68.

Aceton-2,4-Dinitrophenolhydrazon, Stickstoff-Kjeldahlbestimmung 291.

3-Acetonylbenzyl-4-oxycumarin, siehe Warfarin 66.

Acetylenverbindungen, Bestimmung in Butadien und C_4-Kohlenwasserstoffen 442.

Acetylsalicylsäure, Bestimmung in Aspirin, Phenacetin und Coffein 386; neben Coffein und Phenacetin 282.

cis-Aconitsäure, photometrische Bestimmung 443.

Acridin, Titration in Eisessiglösung 123.

Acrylnitril, Bestimmung des Gehalts an Divinylacetylen 153; titrimetrische Bestimmung 375.

ACTH, siehe Hormon 79.

Adrenalin, Beeinflussung der Colorimetrierung von Milchsäure nach der Veratrolmethode 157; papierchromatographischer Nachweis 215.

Adsorptionsbatterie, Apparatur zur Serienbestimmung von Carotin in Pflanzen 382.

Adsorptionschromatographie, siehe Chromatographie.

Äthanol, papierchromatographische Bestimmung 211; siehe auch Äthylalkohol, sowie Alkohol.

Äthanolamin, papierchromatographischer Nachweis 436.

Äther, colorimetrische Bestimmung von Alkoholen 226.

Ätherische Öle, Bestimmungsmethoden in Drogen 395.

Äthyläther, Bestimmung neben Alkohol in Luft und biologischem Material 143.

Äthylalkohol, Unterscheidung von Methylalkohol im Blut 157.

Äthylen, Bestimmung durch Bromierung 225; durch manometrisches Verfahren an reifenden Früchten 229.

Äthylendiamin, Bestimmung in Cupriäthylendiaminlösungen 455.

Äthylendiamintetraacetat, siehe Komplexon III.

Äthylendiamintetraessigsäure, siehe Komplexon.

Äthylenglykol, Nachweis mittels Pseudosaccharinchlorid 262; Bestimmung in Procain-Penicillin 392; von 1,2-Propylenglykol in Äthylenglykol 442; ternäres System mit Methanol und Wasser 287.

Äthylenglykolmonomethyläther (Methylcellosolve), Nachweis mittels Pseudosaccharinchlorid 262; Anwendung bei der Schwefelkohlenstoffbestimmung 53.

Äthylnitrit, Unterscheidung von Äthylnitrat 456.

Äthylxanthat, Nachweis des mit Radioschwefel markierten Äthylxanthats 207.

Aglykonacetate, papierchromatographischer Nachweis 214.

Aglykone, papierchromatographischer Nachweis 214.

Aktivierungsanalyse, siehe Neutronenaktivierungsanalyse.

Aktivkohle (Norit), Verwendung als Adsorbens in der Säulenchromatographie von Terpenen 119; zur Trennung von Phenylalanin und Tyrosin 117.

Alanin, papierchromatorgaphischer Nachweis 436; titrimetrische Bestimmung mittels Ninhydrin 141.

Aldehyde, Nachweis mit Carbazol 54.

Aldosen, Mikrobestimmung 444.

Aliphatische Alkohole, papierchromatographische Trennung 211.

Aliphatische Verbindungen, Bestimmung von C-Methylgruppen 376.

Alkali, freies, konduktometrische Titration 453.

Alkalimetalle, Bestimmung in Silicaten 302; Fällung als Tetraphenylborverbindungen 161.

Alkali- und Erdalkalisalze organischer Basen, Titration in wasserfreier Essigsäure 122.

Alkalimetrie, Eignung der Amidosulfonsäure als Urtitersubstanz 285.

Alkalität, Messung der „wasserlöslichen" und der Gesamtalkalität in der Pflanzenasche 380.

Alkaloide, Bestimmung 315; im Brechnußextrakt 317; in Lobelia officinalis 316; von Pilocarpin und seinen Salzen 391; Titration in wasserfreier Essigsäure 122.

Alkohol, Bestimmung neben Äthyläther in Luft und biologischem Material 143; Bestimmung in biologischem Material 74; im Blut nach Widmark 156; in Wein 230, 292.

Alkohole, Colorimetrische Bestimmung in verdünnten Lösungen 225; Trennung von Glykoläthern durch azeotrope Destillation 226; Trennung mittels Ionenaustausch 432; siehe auch aliphatische Alkohole.

Alkylarylsulfonate, Bestimmung ihrer waschaktiven Substanz 454.

Alkylpyridiniumhalogenide, Nachweis durch Tüpfelreaktion 377.

d-Allulose, R_f-Wert 210.

Alypinnitrat, Titration in wasserfreier Essigsäure 122.

Aluminium, Bestimmung in Al-Legierungen 150; Colorimetrische Bestimmung mittels „Stilbazo" 128; Fällung aus homogener Lösung als Hydroxyd 44; Fällungsbedingungen mit Kupferron 8; indirekte polarographische Bestimmung mit Hilfe von Komplexon III 401; Schnellanalyse von Al-Legierungen 148; titrimetrische Bestimmung von Zink in Aluminium 15; spektralanalytische Spurenbestimmung in Fleisch 112; siehe auch Aluminiumlegierungen.

Aluminiumbronzen, siehe Aluminiumlegierungen 150.

Aluminiumkomplexverbindungen, Verwendung zur Fluorbestimmung 439.

Aluminiumlegierungen, Nachweis von Zinn durch Tüpfelung 371; Bestimmung von Co mittels Nitroso-R-Salz 372; Spektralanalyse 111; spektralanalytische Bestimmung des Gehalts an Si, Fe, Zn, Mg, Mn 110; spektrographische Kupferbestimmung in Duralumin 110; polarographische Titanbestimmung 205; potentiometrische Zinkbestimmung 149; Schnellbestimmung von Al in Bronzen 150; Schnellanalyse von Al-Legierungen 148; siehe auch Aluminium.

Aluminiumoxyd, Bestimmung von Natriumoxyd in Aluminiumoxyd 374; neben MnO und P_2O_5 in Schlacken

302; Verwendung zur Säulenchromatographie von Teerfarbstoffen 446; in Verbindung mit Cellulose für säulenchromatographische Bestimmungen von Uran 117.

Amberlite IR 120, Verwendung als Kationenaustauscher 433.

Amberlite IRA 400, Verwendung als Ionenaustauscher bei Bestimmung von Ketonen und Alkoholen 432; bei Bestimmung von Salzen von Anästhetica 433.

Amberlite XE-67, Anionenaustauscher zur Gewinnung von Normallauge 432.

Ameisensäure, Trennung von Aldehyden und Ketonen mittels Ionenaustausches 433.

Amethocain, Erfassung mittels Ionenaustausches 433.

Amidosulfonsäure, Verwendung zur Fällung aus homogener Lösung für die Bariumbestimmung als Sulfat 45.

Amine, primäre, aromatisch und aliphatisch, Nachweis durch die Zincke-Königsche Reaktion 81; sympathicomimetische, papierchromatographischer Nachweis 215; flüchtige, Bestimmung in Cholinsalzen 375; primäre aromatische, Bestimmung nach der „Dead-stop"-Methode 228; Titration in Eisessiglösung 123.

p-Aminobenzoesäure, colorimetrische Bestimmung neben p-Aminobenzoyldiäthylamino-äthanolhydrochlorid 389.

p-Aminobenzoyldiäthylaminoäthanolhydrochlorid (Novocain), Bestimmung neben p-Aminobenzoesäure 389.

2-Amino-4-chlormethylthiazolhydrochlorid, Farbreagens für Nitrit-Ion 91.

p-Aminodimethylanilin, Anwendung zur Chlorbestimmung im Wasser 56.

1-Amino-8-naphthol-4,6-disulfosäure, Anwendung zum Nitritnachweis 89.

m-Aminophenol, Bestimmung in p-Aminosalicylsäure 313; Hemmwirkung auf die Katalase 273.

Aminosäuren, Bestimmung 35; chromatographische Bestimmung mittels der Ninhydrinreaktion 436; colorimetrische Bestimmung mittels der Ninhydrinreaktion 141, 142; papierchromatographische Bestimmung 213; Trennung und Isolierung mittels synthetischer Ionenaustauscher 281; endständige, mit freier Carboxylgruppe Bestimmung in Peptiden 158.

p-Aminosalicylsäure (PAS), Gehaltsbestimmung von m-Aminophenol 313; Verwendung zur Bestimmung von Sulfonamiden im Blut 463.

Ammoniak, photometrische Bestimmung von Pyridin in Ammoniaklösungen 81.

Ammonium, Bestimmung neben Kalium mittels Tetraphenylbornatrium 153, 161.

Ammoniumacetat, Anwendung des Lösevermögens für Zinkoxyd auf die Analyse von Zinkstaub und Galvanisierrückstände 58.

Ammoniumhydroxyd, siehe Ammoniak.

Ammoniumjodid, Verwendung zur Verflüchtigung von Zinn 151.

Ammoniumthiocarbaminat, Reagens zur geruchfreien Sulfidfällung in der Analyse 368.

Ammoniumverbindungen, siehe quaternäre Ammoniumverbindungen.

Amperometrie, Bestimmung von Wismut mittels Oxin 279; Titrationen in der pharmazeutischen und Arzneimittelanalyse 280.

Am-Sup-Ka, siehe Düngemittel.

Amylocain, Erfassung mittels Ionenaustausches 433.

Anästhetica, Bestimmung durch Ionenaustausch 433.

Analgetica, Bestimmungsmethode mittels Reineckesalz 394.

Analytische Chemie der Plaste (Kunststoffanalyse) (Thinius) 233 [L].

Analytisches Laboratorium, Aufbau bei der Hercules Powder Comp. 125.

Anilin, Hemmwirkung auf die Katalase 275; Titration in Eisessiglösung 123.

Annabergit, Bestimmung von Nickel 301.

Annatto, Nachweis in Fetten 446.

Anorganische Chemie (A. F. Holleman, Lehrbuch der Chemie 1. Teil). (Wiberg) 107 [L].

Anregungsgeräte, in der Spektralanalyse 363.

Anreicherungsprodukte, Bleibestimmung in solchen von bariumhaltigen Erzen 299.

Anthron, Reagens zur photometrischen Bestimmung von Polyglucose 75; Verwendung zur Bestimmung von Stärke 382.

Antimon, Nachweis durch Tüpfelreaktion 129; photocolorimetrische Bestimmung mittels Methylviolett 220; Bestimmung in Cu, Pb, Fe, Bi, Zn, Cd, Ni, 221; in metallischem Zinn 221; in Zinn neben Arsen 239; photoelektrische Halbmikrobestimmung in Kupfer 238; polarographische Bestimmung in metallischem Blei 113.

Antioxydanzien, Verwendung von Sesamöl als Antioxydans in Fetten 154.

Antipyretica, chromatographische Trennung 283.

Antipyrin, alkalimetrische Titration 69; Titration in wasserfreier Essigsäure 122; Trennung von Pyramidon 283.

Antiquitäten, metallische, Ermittlung der Zusammensetzung 286.

Arabinose, R_f-Wert 210.

Arginaseaktivität, Bestimmung in Geweben durch enzymatische Hydrolyse 463.

Arginin, papierchromatographischer Nachweis 436; titrimetrische Bestimmung 141.

Aromate, Bestimmung des Gesamtgehaltes in Schweröldestillaten 306; flüchtige, Ausmittelung in der forensischen Chemie durch UV-Spektren 80.

Aromatische Wässer, Gehalts- und Wertbestimmung an ätherischem Öl 395.

Arsen, Nachweis und colorimetrische Bestimmung 218; absorptiometrische Bestimmung im UV 218; Bestimmung durch Neutronenaktivierung 205; in biologischem Material 207; im Meerwasser 206; Bestimmung in Zinn neben Antimon 239; Titration mittels Bromatlösung 218.

Arsenate, Bestimmung von Zirkonium und Hafnium als Arsenate durch Fällung aus homogener Lösung 45.

Arsenbromid, polarographische Bestimmung in wasserfreiem Pyridin 114.

Arsenit-Tolidin-Methode, Anwendung zur Chlor-Bestimmung in Wasser 56.

1-(o-Arsonophenylazo-)-2-naphthol-3,6-disulfonsaures Natrium (Thoronol), Verwendung zur Thoriumbestimmung in Magnesiumlegierungen 238.

Arzneimittel, amperometrische Bestimmungsmethoden 280; siehe auch pharmazeutisches Material.

Ascaricide, siehe Schädlingsbekämpfungsmittel.

Ascaridol, Nachweis in Chenopodiumöl durch Überführung in Glykol oder Propan 394.

Ascorbinsäure, luminescenzanalytischer Nachweis 263, 266; Verwendung zur photometrischen Bestimmung von Ti 437.

Asparaginsäure, papierchromatographischer Nachweis 436.

Aspirin, Bestimmung des Gehalts an Acetylsalicylsäure 386.

ASTM-Methoden, Untersuchung von Kautschuk 58, 60.

Atmosphärische Luft, Bestimmung von Kohlenoxyd in geringen Konzentrationen 370; von freiem Kohlenstoff in atmosphärischem Staub 371; siehe auch Luft.

Atropin, Titration in wasserfreier Essigsäure 122.

Atropinsulfat, Titration in wasserfreier Essigsäure 122.

Autotraktoröl, polarographische Bestimmung von Kobalt 113.

Azine, Halbmikro-Kjeldahl-Verfahren zur N-Bestimmung 290.

Azulen, Bestimmung in der Kamille und ihrem Öl 395.

Backwaren, Bestimmung des Gehaltes an Gesamt- und Milchfett sowie Eigehalt 232.

Barbitale, Nachweis bei Schlafmittelvergiftungen 464; systematischer Analysengang 72.

Barbiturate, Ausmittelung in der forensischen Chemie 80; Nachweis von Cyclopal und Medomin 464; Titration in Dimethylformamid als Lösungsmittel 388.

Barbitursäure, Verwendung neben Chloramin zur Pyridinbestimmung in Wasser 85.

Barium, Fällung aus homogener Lösung als Sulfat 44, 45; Bestimmung neben Blei in Erzen usw. 299.

Bariumchromat, Fällung aus homogener Lösung 44.

Beersches Absorptionsgesetz, theoretische Grundlagen 112.

Benzaldehyde, substituierte, chromatographische Trennung von Hydrazonen 121.

Benzedrinsulfat, Titration in wasserfreier Essigsäure 122.

Benzoesäuresulfimid, Verwendung zur Darstellung von Pseudosaccharinchlorid 259.

Benzol, colorimetrische Spurenbestimmung im Blut 462.

Benzolhexachlorid, Bestimmung in Insecticiden 307; siehe auch Hexachlorcyclohexan.

Benzotriazol, N-Bestimmung nach Kjeldahl 291.

Benzylalkohol, turbidimetrische Bestimmung 139.

Benzylamin, Titration in Eisessiglösung 123.

Berieselungswasser, siehe Wasser.

Beryll, Bestimmung des Be-Gehaltes 297.

Beryllium, Bestimmung des Gehaltes in Beryll 297; von Mikrogrammengen mittels Acetylaceton durch colorimetrische Bestimmung 46; Abtrennung aus biologischem Material 319; spektrographische Bestimmung in Harn und in der Luft 108.

Betriebskontrolle, Verwendung eines Differentialrefraktometers in der Petroleumraffinerie 305.

Biologische Flüssigkeiten, siehe biologisches Material 319.

Biologisches Gewebe, siehe biologisches Material 131, 133, 457.

Biologisches Material, Nachweis von Cyanwasserstoff 48; Arsenbestimmung 219; durch Aktivierungsanalyse 207; Abtrennung von Beryllium 319; spektrographische Berylliumbestimmung 108; Bestimmung der Bromide 461; von ionisiertem Calcium 155; von Gesamt- und radioaktivem Eisen 156; von Jod 72; von Kalium mittels Dipikrylamin 154; Fehlerquelle bei der Mikrobestimmung von Kalium 319; Bestimmung von Kobalt mittels Nitroso-R-Salz in Futter und tierischem Gewebe 131; von Radiokobalt ^{60}Co 281; katalytische Manganbestimmung 461; Bestimmung von Natrium 458; titrimetrische CO_2-Bestimmung 460; Stickstoffbestimmung in Gewebeschnitten 133; Ausmittelung von Barbituraten in der forensischen Chemie 80; Bestimmung der Adenosintriphosphorsäure 158; des Alkoholgehaltes 74; von Alkohol im Blut 156; von Alkohol und Äthyläther nebeneinander 143; des adrenocorticotropen Hormons 79; Mikrobestimmung von Cholesterin 77; Bestimmung von Dinitroorthokresol 157; des Eiweißgehaltes 159; von Fett in Gammamengen im Lebergewebe 226; von flüchtiger Fettsäure im Blut 73; von γ-Globulin 76; von Glucose im Blut 74; percuprimetrische Titration von Glucose 123; Glykogenbestimmung in Geweben 457; chromatographische Bestimmung von α-Ketosäuren 212; Bestimmung der 17-Ketosteroide 77; Kohlenoxydbestimmung im Blut 320; Isolierung organischer Insecticide308; Bestimmung des Polyglucosegehaltes 75; von Polyvinylpyrrolidon 462; Salicylsäurebestimmung in Serum und von Salicylat 158; von Tocopherol 160; von Tyrosin und Tyramin 457; Unterscheidung des Gehaltes an Methyl- und Äthylalkohol 156; Zuckerbestimmung im Blut durch Titration 75; Bestimmung der Arginaseaktivität 463; Zerkleinerungsvorrichtung 318.

Biuretreaktion, colorimetrische Bestimmung von Fibrinogen 159.

Blätter, Bestimmung eines Radiokobaltgehaltes 281.

Blausäure, Ausmittelung in der forensischen Chemie 80.

Blei, Nachweisempfindlichkeit bei der Spektralanalyse von Verunreinigungen 366; Bestimmung von Antimon 221; in Erzen usw. neben Barium 299; eines Wismutgehaltes 240; neben Zink in Zinkweiß durch Komplexontitration 285; polarographische Bestimmung von Sn und Sb in metallischem Blei 113; Prüfung als Verunreinigung in pharmazeutischem Material 384; spektrographische Bestimmung in metallischem Zink 109.

Blut, Arsenbestimmung durch Aktivierungsanalyse 207; Kaliumbestimmung mittels Dipikrylamin 154; Bestimmung von Kupfer 459; von Kohlenoxyd 320, 459; von Kohlenoxydhämoglobin 460; der Adenosintriphosphorsäure 158; des Alkoholgehaltes 156; des andrenocorticotropen

Hormons 79; colorimetrische Bestimmung von Benzolspuren 462; Mikrobestimmung von Cholesterin 77; Bestimmung des Gesamteiweißgehaltes 159; flüchtiger Fettsäuren 73; von Glucose 461, 74; percuprimetrische Titration von Glucose 123; chromatographische Bestimmung von α-Ketosäuren 212; polarographische Bestimmung von Khellin 70; Bestimmung der Lipoide 462; synthetischer Polyglucose 75; von Polyvinylpyrrolidon 462; von Sulfonamiden 463; titrimetrische Bestimmung des Zuckers 75; Unterscheidung des Gehaltes an Methyl- und Äthylalkohol 156; siehe auch biologisches Material.

Blutkörperchen, rote, Bestimmung von Cu 459.

Blutzucker, Bestimmung durch Titration 75.

Bodenatmung, Bestimmung von CO_2 durch Absorption in Barytlauge 384.

Böden, Bestimmung der Atmung und des Carbonatgehaltes 383; Bestimmung von Sulfat- und Gesamtschwefel 152; colorimetrische Bestimmung des Humusgehaltes 384.

Bor, spektralanalytische Spurenbestimmung in Fleisch 112; Bestimmung in Pflanzen durch Chinalizarin 381.

Bordeaux, R, Einfluß auf die Katalase 270; Einwirkung auf Fermentereaktionen 26, 37, 270; 255, hemmende Wirkung auf den tryptischen Eiweißabbau 37.

Brauchwasser, siehe Wasser.

Brechnuß, Bestimmung der Gesamtalkaloide im Extrakt 317.

Brechungsindex, Verwendung zur Identifizierung von Glykolen und Glykolderivaten 258; Verwendung bei der Untersuchung von Kautschuksorten 59, 60.

Brennbares Material, Nachweis und Bestimmung entzündlicher Kohlenwasserstoffe für forensische Zwecke 306.

Brennstoffe, feste, Bestimmung von Schwefel 307.

Brenztraubensäure, R_f-Wert 212.

Brillantgelb, Anwendung zur colorimetrischen Bestimmung von Mg im Zement 57.

Brillantschwarz, Einfluß auf die Katalase 270; Einwirkung auf Fermentreaktionen 26, 37, 270, 356; ungünstige Einflüsse auf Verdauungsvorgänge im Magen 34; hemmende Wirkung auf den tryptischen Eiweißabbau 37.

Brom, indirekte Bestimmung in Alkalihalogeniden 440; mikroanalytische Bestimmung neben Chlor 137; Bestimmung in Wasser 235.

Bromdifferenzmethode, Anwendung bei der Sauerstoffbestimmung in Wässern 182.

Bromide, Bestimmung in Blut und Liquor 461; potentiometrische Bestimmung 440.

Bronze, siehe Kupferlegierungen sowie Zinnlegierungen.

Brot, Bestimmung der Asche 445.

Brucin, Bestimmung neben Strychnin 317.

Buchweizenmehl, Nachweis von Stechapfelsamen 445.

Butadien, Bestimmung von Acetylenverbindungen in Butadien 442.

Butanol, papierchromatographische Bestimmung 211.

Buttergelb, cancerogene Wirkung im Stoffwechsel 276; Einfluß auf die Katalase 270; Einwirkung auf Fermentreaktionen 26.

Cäsium, Bestimmung als Tetraphenyloborat 161.

Cadmium, Nachweis durch Farbreaktion 127; Bestimmung eines Antimongehalts in Cadmium 221; Bestimmung in reinem Zink mittels Diantipyrylmethan 127; spektrographische Bestimmung in metallischem Zink 109.

Calcium, Fällung aus homogener Lösung mit Methyloxalat 45; nach der Harnstoffmethode 45; spektralanalytische Spurenbestimmung in Fleisch 112; Bestimmung in Milchultrafiltrat 295; Härtebestimmung in Wasser mittels Komplexon III 284; Bestimmung des ionisierten Calciums in biologischem Material 155.

Calciumcarbid, Bestimmung von Siliciumdioxyd 297.

Calciumgluconat, Titration in wasserfreier Essigsäure 122.

Calciumoxyd, Bestimmung in Siemens-Martin- und Hochofenschlacken 302.

Carbonate, Gehaltsbestimmung in Böden 383.

Carbonsäuremischungen, Analyse durch Geschwindigkeitsmessung der Reaktion mit Diphenyldiazomethan 140.

Carotin, Bestimmung in Pflanzenprodukten 382; Einwirkung von Celite (Hyflo-Super-Cel) 121.

Carvon, Bestimmung in Krauseminzenöl 395.

Casein, Bestimmung in Kuhmilch 232; Gewinnung 36.

Celite Nr. 545, Verwendung neben aktiver Kieselsäure in der Säulenchromatographierung 121.

Cellobiose, R_f-Wert 210.

Cellulose, Verwendung in der Säulenchromatographie 283; Anwendung in Verbindung mit Aluminiumoxyd zur chromatographischen Bestimmung von Uran 117; Bestimmung des Acetylrestes 67; Ermittlung des Polymerisationsgrades 455.

Celluloseacetat, Bestimmung von Acetyl 67; Extraktion von Weichmachern aus Celluloseacetat 455.

Cer (IV), coulometrische Titration 430.

Cer(IV)-ammoniumnitrat, Verwendung bei der colorimetrischen Bestimmung von Alkoholen 225.

Cerealien, chemische Methode zur Bestimmung von Insektenteilen 66.

Ceresorange, Einfluß auf die Katalase 270. Einwirkung auf Fermentreaktionen 26, 37, 270, 355.

Ceriterden, Trennung von Thorium 217.

Cerium, volumetrische Bestimmung mit mehrwertigem Silber 48.

Cetylpypridiniumbromid, Nachweis in Waschmitteln 377.

Cetylpyridiniumchlorid, Nachweis in Waschmitteln 377.

Chemische Optik (Mohler) 202 [L].

Chenopodium ambrosioides, Nachweis von Ascaridol im Öl der Früchte 394.

Chenopodiumöl, Nachweis von Ascaridol 394.

Chinalizarin, Reagens zur Borbestimmung 381.

Chinidin, Titration in wasserfreier Essigsäure 122.

Chinin, Bestimmung in pharmazeutischen Zubereitungen 316; Titration in wasserfreier Essigsäure 122.

Chininsulfat, Titration in wasserfreier Essigsäure 122.

Chinolin, Titration in Eisessiglösung 123.

Chinolinderivate, Halbmikro-Kjeldahlverfahren zur N-Bestimmung 290.

Chloanthit, Bestimmung des Nickelgehalts in Erzgemischen 301.

Chlor, colorimetrische Bestimmung in entkeimtem Wasser 188; indirekte Bestimmung in Alkalihalogeniden 440; mikroanalytische Bestimmung neben Brom 137; Bestimmung in Wasser 55, 56, 235, 236; mittels der Arsenit-Tolidin-Methode 56; mittels Methylorange 56; vergleichende Untersuchung zur jodometrischen Bestimmung in Wasser 56; Bestimmung in Harn 155; in organischen Verbindungen 136; ionogen gebundenes, Bestimmung neben Säurechloriden 137.

Chloramin, Verwendung beim Pyridinnachweis in Wasser 83; Bestimmung in Wasser 55.

Chloraminlösung, Verwendung zur Entkeimung von Trinkwasser 449.

p-Chlorbenzoesäure, papierchromatographische Bestimmung 213.

Chlorbindungsvermögen, Bestimmung in Wasser 449.

Chlorsulfonsäure, Fällungsmittel zusammen mit Pyridin für Cholesterin 77.

Chlorzehrung, Bestimmung in Wasser 449.

Cholesterin, Mikrobestimmung im Blutserum 77.

Cholin, papierchromatographischer Nachweis 436.

Cholinsalze, Bestimmung flüchtiger Amine 375.

Chrom, Bestimmung mit Hilfe von ^{110}Silberisotop 280; Bestimmung in Eisenlegierungen 372; neben Mn im Nickelelektrolyt 304; in Leder 311.

Chromatographie, Trennung von Lithium-, Natrium- und Kaliumhydroxyd durch Säulenchromatographie 283; Analyse von hydrierten Kohleprodukten 283; Bestimmung von Coffein und Phenacetin neben Acetylsalicylsäure 282; von Lipoidhydrolysaten durch Horizontalpapierchromatographie 435; von Traubenwein bei Gegenwart von Obstwein 229; adsorptionschromatographische Trennung einiger

Antipyretica 283; Trennung und Isolierung von Aminosäuren durch Verdrängungschromatographie 281; Trennung und Bestimmung von Dicarbonsäure durch Verteilungschromatographie 281; von p-Oxybenzoesäureestern durch Verteilungschromatographie 282; Nachweis und Trennung von Teerfarbstoffen auf Aluminiumoxyd 446; Kombination mit radiochemischer Technik 215; siehe auch Säulenchromatographie, Papierchromatographie.

Chromatverfahren, Anwendung zur Bestimmung von Sulfat-Ionen 412.

Chrom(II)-chlorid, Verwendung zur Wolframtitration 222.

Chrysean, Reagens auf Nitrit 89.

Cliradon, Bestimmung mittels Reinecke-Salz 394.

C-Methylgruppen, Bestimmung 376.

Cochenillerot A, Einfluß auf die Katalase 270; Einwirkung auf Fermentreaktionen 26, 37, 270, 355.

Codein, Titration in wasserfreier Essigsäure 122.

Codeinphosphat, Titration in wasserfreier Essigsäure 122.

Coffein, Bestimmung neben Phenacetin und Acetylsalicylsäure 282; Trennung von Pyramidon 283.

Collagen, Gehaltsbestimmung in gekochtem Fleisch 233.

Colchicin, Titration in wasserfreier Essigsäure 122.

Conteben, Gehaltsbestimmung in Tabletten 312.

Cortison, Bestimmung neben verwandten Ketosteroiden 78.

Coulometrie, Bestimmung von Cer(IV), Vanadin(V), Dichromat und Permanganat 430; von Submikrogrammengen Silber 429; von Ultramikromengen Mangan 430; Stabilitätsbereich von Oxydationsstufen 431.

Covellin, Bestimmung in Erzgemischen 299.

Crime investigation. Physical Evidence and the Police Laboratory (Kirk) 202 [L].

Cupriäthylendiamin, Bestimmung von Äthylendiamin in Cupriäthylendiaminlösungen 455.

Cupriäthylendiaminlösungen, Verwendung zur Ermittlung des Polymerisationsgrades von Cellulose 455.

Cyanid, Bestimmung des Gehaltes in Waschwasser von Gasölcrackungsprodukten 305.

Cyanwasserstoff, Nachweis durch den Tyndalleffekt 48.

Cycloheptenyläthylbarbitursäure, siehe Medomin.

Cyclooctatetraen, polarographische Bestimmung 205.

Cyclopal, toxikologischer Nachweis 464.

Cyclopentenylallylbarbitursäure, siehe Cyclopal.

Cymen, säulenchromatographische Trennung von Pinen 119.

Cysteinhydrochlorid, Luminescenzanalytischer Nachweis 266.

Dauerwellpräparate, siehe auch Kaltwellpräparate 457.

„Dead-stop"-Endpunkt, bei elektrometrischen Titrationen, Deutung 115.

„Dead-stop"-Methode, Anwendung zur Bestimmung primärer aromatischer Amine 228.

Dehydrostreptomycin, colorimetrische Bestimmung 314.

Depolarisatoren, Zusammenhänge der Polarisationskurven zur Potentialeinstellung in der Potentiometrie 114.

Dessertweine, Unterscheidung von Mistellen durch chromatographische Glycerinbestimmung 435.

Deuterium, massenspektrometrische Bestimmung in organischen Verbindungen 209.

Dextrose, R_f-Wert 210.

Diäthylenglykol, Ausmittelung in der forensischen Chemie 80.

Diäthylenglykolmonomethyläther, Nachweis mittels Pseudosaccharinchlorid 262.

Diäthylstilböstrol, spektrophotometrische Bestimmung neben Östrogenen 79.

2, 8-Diaminoacridinsulfat, siehe Proflavin.

2,4-Diamino-6-oxypyrimidin, Kondensationsreaktion auf Nitrit 89.

o-Dianisidindihydrochlorid, Verwendung zur Cl-Bestimmung in Wasser 236.

Diantipyrylmethan, Darstellungsweise 127; Reagens zur Bestimmung von Cadmium 127.

Dicarbonsäuren, verteilungschromatographische Trennung 281.

2,6-Dichlorchinonchlorimid, Verwendung zur colorimetrischen Bestimmung von Thiouracilen 390.

Dichromat, coulometrische Titration 430.

Dichte, Anwendung der Dichtebestimmung bei Prüfung von Antiquitäten 286.

Dielektrizitätskonstante, Verwendung der Messung zur Wasserbestimmung, DK-Methode 143; Verwendung ihrer Veränderung zur Analyse eines chromatographischen Eluats 116.

Differentialmanometer, Verwendung zur Bestimmung der Katalaseaktivität 160.

Differentialrefraktometer, Verwendung zur Betriebskontrolle 305; in der Chromatographie 283.

Digitalis purpurea, Bestimmung herzwirksamer Glucoside 391.

Diheterolävulosan, R_f-Wert 210.

Dihydrocodein, Bestimmung in Arzneipräparaten 317.

Dihydrostreptomycin, Bestimmung mittels Perjodsäure 393.

Diisobutylamin, Reagens zur Isocyanatbestimmung in Gummi 379.

Dimethylaminoazobenzol, Wirkung auf Fermentreaktionen 276.

Dimethylformamid (DMF), Titration von Barbituraten und Sulfonamiden in DMF-Lösung 388.

Dimethylglyoxim, Fällung von Nickel aus homogener Lösung 46.

Dimethyl-α-naphthylamin, Nitritreagens 89.

Dimethylolphenole, R_f-Werte 214.

Dimethyl-p-phenylendiamin, Hemmwirkung auf die Katalase 275; Verwendung zur Chlorbestimmung in Wasser 188.

2,4-Dinitrofluorbenzol, Verwendung zur Bestimmung von Histamin 392.

Dinitro-o-kresol, Bestimmung in biologischem Material 157.

2,4-Dinitrophenolhydrazone, chromatographische Trennung an aktiver Kieselsäure und Celite 121.

2,4-Dinitrophenylhydrazin, Reagens zum Nachweis von Khellin 318.

3,5-Dinitrosalicylsäure, Reagens zur colorimetrischen Zuckerbestimmung 53.

Diocain, maßanalytische Bestimmung 433.

3,4-Dioxyphenylessigsäure, Anwendung zum chemischen Nachweis von Insektenteilen in Cerealien 66.

o-Diphenole, acidimetrische Bestimmung auf Grund der Reaktion mit GeO_2 217.

Diphenylamin, Gehaltsbestimmung in Farbstoffauszügen 154.

Diphenylaminblau, Verwendung als Indicator 58.

Diphenyldiazomethan, Verwendung der Reaktionsgeschwindigkeit mit Säuren zur Analyse von Carbonsäuren 140.

4,7-Diphenyl-1,10-Phenanthrolin (Batho-Phenanthrolin), Verwendung zur Eisenbestimmung in Wasser 234.

Dipikrylamin, Reagens zur Bestimmung von Kalium im Blutserum 154.

Dithiocarbamidohydrazin, Diäthylverbindung zur colorimetrischen Wismutbestimmung 438.

Divinylacetylen, Bestimmung in Acrylnitril 153.

DK-Meter, siehe Dielektrizitätskonstante.

DK-Methode, siehe Dielektrizitätskonstante.

Dolantin, Bestimmung mittels Reinecke-Salz 394.

Doppelbindung, siehe olefinische Doppelbindungen 138.

Dowex 2, Verwendung als Ionenaustauscher 433.

Dreikomponentige Systeme, indirekte Analyse 101.

Drogen, Bestimmung und Nachweis des Gerbstoffgehaltes 312; Bestimmungsmethoden des Gehaltes an ätherischen Ölen 395.

Dromoran, Bestimmung mittels Reinecke-Salz 394.

Düngemittel, gleichzeitige Bestimmung von Kalium und Ammonium, Analyse von Am-Sup-Ka, von Kainit, von Nitrophoska 153.

Duodenalsaft, Einfluß von Farbstoffkomponenten auf den Eiweißabbau

39; Wirkungshemmung durch Teerfarbstoffe 35.

Duraluminium, siehe Aluminiumlegierungen 110.

E 605, Bestimmung von Verunreinigungen durch Nitrophenole 310.

Echtgelb extra, Einfluß auf die Katalase 270; Einwirkung auf Fermentreaktionen 26, 37, 270, 355.

Echtrot E, Einfluß auf die Katalase 270. Einwirkung auf Fermentreaktionen 26, 37, 270, 355.

Edelmetalle, spektrochemische Reinheitsprüfung 368.

Ei, Bestimmung des Gehaltes in Backwaren und Nährmitteln 232.

Einfluß künstlicher Farbstoffe auf die Katalase 267.

Einleitung in die chemische Analyse von Ludwig Medicus, I. Band: Qualitative Analyse (Goehring) 279 [L].

Einleitung in die chemische Analyse von Ludwig Medicus, II. Band: Kurze Anleitung zur Maßanalyse mit besonderer Berücksichtigung der Vorschriften des DAB 6 und des Erg.-B.6. (Poethke) 279 [L].

Eisen, radioaktiv, Bestimmung neben Gesamteisen 156; Bestimmung des Gehaltes in Eisenerzen 300; Fällung aus homogener Lösung 44; Spektralanalyse in Aluminiumlegierungen 110, 111; Antimonbestimmung 221; gasvolumetrische Kohlenstoffbestimmung 143; jodometrische Bestimmung neben Kupfer 126; Kupferbestimmung 125; Manganbestimmung in Gußeisen und Stahl 145; Bestimmung von Schwefel aus Zementiteisen als Schwefelwasserstoff 196; Bestimmung in Roh- bzw. Trinkwasser mit 4,7-Diphenyl-1,10-Phenanthrolin234; spektralanalytische Spurenbestimmung in Fleisch 112.

Eisen(III), polarographische Bestimmung von Al 401.

Eisen(III)-chlorid, Testlösung zum Nachweis von Phenolen 444.

Eisen(III)-cyanid, Anwendung zur Polyglucosebestimmung in biologischem Material 75.

Eisen(III)-rhodanid, Anwendung zur spektrophotometrischen Bestimmung von Quecksilber durch Farbkomplexschwächung 128.

Eisenerze, Bestimmung des Gehaltes an metallischem Eisen 300.

Eisenlegierungen, chromhaltig, Aufschluß und Cr-Bestimmung 372.

Eisen-Titanlegierungen, Bestimmung des Cu-Gehalts 148.

Eiweiß, Bestimmung in Blut mittels Thrombocid 159; in Serum 159; percuprimetrische Titration 124.

Eiweißabbauprodukte, Papierchromatographie und Trennung 436.

Elektrolyse, Plutoniumabscheidung als Plutonyl-Ion 208; innere, Bestimmung von Kupfer in Gußeisenlagermetall 373.

Elektrometrische Titration, „Deadstop"-Endpunkt 115.

Elementaranalyse, Bestimmung von C und H im Luftstrom 131; von N in funktionellen Gruppen durch jodometrische Titration 134; Kjeldahl-Bestimmung für Stickstoff in N-N-, N-N-N- oder NO_2-Bindung 290; Mikrobestimmung von Stickstoff nach Dumas 289; nach Dumas-Pregl 132; Halbmikro-Kjeldahl-Verfahren für Azine, Hydrazone, Oxime, Semicarbazone, Pyridin- und Chinolinderivate 290; Ultramikrobestimmung von N in Gewebeschnitten 133; Fehlerquelle durch Luftadsorption bei der Mikrostickstoffbestimmung 132; Bestimmung von Fluor 291; von Chlor 136; von ionogen gebundenem Cl neben Säurechloriden 137; von Chlor und Brom 137; Mikro- und Halbmikrobestimmung von Halogenen 135; Serienbestimmung von Halogenen 136; mikroanalytische Bestimmung von Schwefel 137; Bestimmung von S in Sulfanilamid 291; automatischer Ofen zur Mikrobestimmung von Sauerstoff 288.

Ephedrin, papierchromatographischer Nachweis 215.

Eriochromschwarz T, Indicator bei Titrationen mit Komplexon 17.

Erythrosin, Einfluß auf die Katalase 270; Einwirkung auf Fermentreaktionen 26, 38, 270, 356.

Erze, As- und Mo-haltig, chromatographische Isolierung von Uran 117; Bestimmung von Blei neben Barium 299; sekundärer Kupfersulfide in gemischten Kupfer-Zinkerzen 299; von Schwefel verschiedenster Bindung

298; von Th und U durch Chromatographierung 117; von Zink 151; siehe auch Eisenerze.

Essigsäure, Trennung von Aldehyden und Ketonen mittels Ionenaustausches 433.

Extraktionsgerät, kontinuierlich, zur Trennung des Thoriums von radioaktiven Spaltprodukten 207.

Fällung aus „homogener Lösung", von Metallhydroxyden unter Verwendung der Hydrolyse von Harnstoff 44; von Bariumchromat 44; Bestimmung von Barium als Sulfat 45; Ba unter Verwendung von Dimethylsulfat 44; von Calcium unter Verwendung von Harnstoff 44, 45; von Ca unter Verwendung von Dimethylsulfat 44; von Methyloxalat 45; Bestimmung von Hafnium als Arsenat 45; Trennung Hafnium-Zirkonium durch fraktionierte Fällung der Äthylphosphate 44; von Lanthan unter Verwendung von Trichloracetat 44; Trennung von Lanthan-Cer- und Lanthan-Praseodym-Gemischen 45; von Magnesium unter Verwendung von Äthyloxalat 44; Bestimmung von Nickel mit Dimethylglyoxim 46; von Praseodym unter Verwendung von Trichloracetat 44; von Strontium unter Verwendung von Dimethylsulfat 44; von Titan unter Verwendung von Acetamid 44; von Thorium unter Verwendung der Hydrolyse von Hexamethylentetramin 44; Fällung von Thorium als Jodat 44; Bestimmung von Thorium und seltenen Erden in Monatzitsand 45; von Zink unter Verwendung von Äthyloxalat 44; Bestimmung von Zirkonium als Arsenat 45; von Zirkon unter Verwendung von Jodat 44.

Farbstoffauszüge, Bestimmung des Gehalts an freiem Diphenylamin 154.

Farbstoffe, chromatographischer Nachweis artfremder in Wein 435; künstliche, Einfluß auf die Fermentreaktionen, 25, 35, 267, 352.

Fermentreaktionen, hemmende Beeinflussung durch künstliche Farbstoffe 25, 35, 267, 352.

Ferrichlorid, Verwendung zur colorimetrischen Bestimmung von Usninsäure 55.

Ferrolegierungen, Durchführungsvorschriften der Probenahme 372.

Fett, Nachweis von Teerfarbstoffen und Annatto 446; Bestimmung in der Fischleber 397; des Gehaltes an Neutralfett 452; Jodzahlbestimmung in Gammamengen 226; konduktometrische Titration freier Fettsäuren 453; volumetrische Schnellbestimmung von Gesamtfettsäuren in Seifen 452; einheitliche Untersuchungsmethoden 452; vereinheitlichte Bestimmung in Lebensmitteln 295.

Fettalkoholsulfonate, Bestimmung der waschaktiven Substanz 454.

Fettsäuren, konduktometrische Titration 453; säulenchromatographische Trennung 120; flüchtige, Bestimmung im Blut 73.

Feuchtigkeit, Bestimmung des Wassergehaltes in Mehl 231.

Fibrinogen, Bestimmung mittels der Biuretreaktion 159.

Fingernägel, Arsenbestimmung durch Aktivierungsanalyse 207.

Fischleber, Bestimmung von Vitamin A 397.

Fischleberöle, Bestimmung von Vitamin A 320.

Fischöle, säulenchromatographische Bestimmung von Vitamin A 119.

Flammenphotometer, neue Apparaturen 202, 203.

Flammenphotometrie, geschichtliche Entwicklung; Flammenphotometer 202, 203; gegenseitige Beeinflussung verschiedener Ionen 203.

Flavon (Quercetin), Unterscheidung von Rutin 96.

Flavonglucoside (Rutin), Unterscheidung von Quercetin 96.

Flavonole, Bestimmung in Polygonum hydropiper L. 390.

Flavonolglucoside, Bestimmung in Polygonum hydropiper L. 390.

Flecken, einwandfrei reproduzierbare chromatographische Flecken 209.

Fleisch, Nachweis beginnender Zersetzung 447; Spektralanalyse von Spurenelementen 112; gekocht, Bestimmung des Collagengehaltes 233.

Fleischwaren, Nachweis beginnender Zersetzung 447.

Fluchtlinientafeln, Hilfsmittel zu spektrographischen Berechnungen 363.

Flüchtige Säure, Bestimmung in Wein 293.

Fluor, Bestimmung kleiner Mengen 439; spektrophotometrische Bestimmung durch modifizierte Zirkonalizarinmethode 222; Einfluß auf Molybdat-Reaktionen 439; Bestimmung in organischen Substanzen 291; Bestimmung im Harn 222; Bestimmung in rauchgasgeschädigtem Heu 456; Bestimmung in Luft 222; Bestimmung in Rinderzähnen und Kieferknochen 72; Gehaltsbestimmung in Wasser 236.

Fluorescenzanalyse, Anwendung zum Nachweis von Traubenwein 230.

Fluorescenzindicatoren, Entwicklung und Verwendung 124.

Fluorimetrie, Bestimmung von Östron und α-Ostradiol 79; Bestimmung des Chinins 316.

Fungicide, siehe Schädlingsbekämpfungsmittel.

Futter, siehe biologisches Material 131.

Futtermittel, Bestimmung des Wassergehaltes 233.

Galactose, papierchromatographischer Nachweis 436; R_f-Wert 210.

Galenische Produkte, siehe pharmazeutisches Material.

Gallium, Bestimmung neben Aluminium 1; Fällung aus homogener Lösung 44; Mitfällungserscheinungen von Fremdmetallen bei der Kupferronfällung 1.

Gallussäure, Verwendung bei der Silbernitrattitration als Tüpfelindicator 130.

Galvanisierrückstände, Bestimmung von Zink neben Zinkoxyd und Zinkchlorid 58.

Gasölcrackungsprodukte, Bestimmung des Cyanidgehaltes im Waschwasser 305.

Gaspipette, nach Björkman, Verwendung bei der Bromierung von Äthylen 225.

Gasvolumen, Umrechnungsnomogramm auf Standardbedingungen 287.

Gelb 27175, Einfluß auf die Katalase 270; Einwirkung auf Fermentreaktionen 26, 37, 270, 355.

Gentianose, R_f-Wert 210.

Gentiobiose, R_f-Wert 210.

Gerbstoffe, Nachweis und Bestimmung in Drogen 312.

Gerichtliche Chemie, Untersuchungsmethoden zur Ausmittelung von Giften 80.

Germanium, acidimetrische Bestimmung 217; Arsenbestimmung in Dioxyd und Tetrachlorid 219; Spuren. bestimmung von Arsen 219.

Gesamtfett, Bestimmung des Gehaltes in Backwaren und Nährmitteln 232.

Gesamthärte, Bestimmung in Wasser 234.

Gesetz der chemischen Induktion 321.

Gesteine, Schwefelbestimmung 298.

Getreide, Bestimmung des Rohfasergehaltes 231.

Gewebe, Bestimmung der Arginaseaktivität 463.

Gewebeschnitte, Bestimmung von Mikrogrammengen Zink 47.

Gifte, gerichtschemische Untersuchungsmethoden 80.

Gitoxigenin, Bestimmung durch Fluorescenzreaktion 71.

Gitoxin, Bestimmung durch Fluorescenzreaktion 71.

γ-Globulin, Bestimmung im menschlichen Serum 76; Einfluß auf die Bestimmung von Glucosamin 76; photometrische Bestimmung 76.

Glucosamin, Bestimmung in Gegenwart von Eiweiß 76.

Glucose, Bestimmung im Blut 461; colorimetrische Bestimmung im Blut 74; Bestimmung in Gegenwart von Maltose 294; jodometrische Bestimmung 293; percuprimetrische Titration in Blut und Harn 123.

Glucoside, papierchromatographischer Nachweis herzwirksamer Glucoside 214; photometrische Bestimmung in Digitalis purpurea 391.

Glucuronide, Bestimmung mittels Naphthoresorcin 339.

Glucuronsäure, Bestimmung mittels Naphthoresorcin 339.

Glutaminsäure, papierchromatographischer Nachweis 436; titrimetrische Bestimmung mittels Ninhydrin 141.

Glyceride, Bestimmung im Blut 462.

Glycerin, papierchromatographischer Nachweis 436.

Glycin, papierchromatographischer Nachweis 436.

Glykogen, polarimetrische Bestimmung 457.

Glykoläther, Trennung von Alkoholen 226.

Glykolderivate, Eigenschaften der Pseudosaccharinäther 260; Nachweis 255.

Glykole, Nachweis 255; Eigenschaften der Pseudosaccharinäther von Glykolen 260; Siedepunkte und Brechungsindices von Glykolen 260.

Glykolsäurebutylester, Nachweis mittels Pseudosaccharinchlorid 262.

Gold, Bestimmung in Cyanidelektrolyten 303.

Grubengase, siehe Kohlenwasserstoffgase 304.

Grundriß der Technischen Chemie. IV: Technische Brennstoffchemie (Kröger) 296 [L].

Gummi, siehe Gummimischungen sowie Kautschuk

Gummibindemittel, Bestimmung des Gehaltes an Isocyanat 378.

Gummilatex, Bestimmung von Seife, Fett- und Harzsäuren und Alkali 453.

Gummimischungen, Bestimmung des Gesamtschwefels unter Zuhilfenahme von Ionenaustauschern 60; Alterungstest 59; Wanderung von Mischungskomponenten während der Alterung 58.

Gußeisen, Manganbestimmung mittels der Persulfatmethode 130.

Gußeisenlagermetall, Bestimmung von Kupfer durch innere Elektrolyse 373.

Härte, Bestimmung in Wasser durch Titration mit Komplexon III 448.

Hafnium, Fällung aus homogener Lösung als Arsenat 45; Trennung durch fraktionierte Fällung in homogener Lösung von Zirkonium 44.

Halogene, Bestimmung in organischer Bindung 136; in Wasser 235; Mikro- und Halbmikrobestimmungen durch trockne Verbrennung 135.

Halogenide, potentiometrische Bestimmungen 440.

Handbuch der präparativen anorganischen Chemie (Brauer) 107 [L].

Harn, Arsenbestimmung durch Aktivierungsanalyse 207; Abscheidung von Beryllium 319; spektrographische Bestimmung von Beryllium 108; Bestimmung von Chlor 155; von Fluor 222; percuprimetrische Titration von Glucose 123; chromatographische Bestimmung von α-Ketosäuren 212; Bestimmung von synthetischer Polyglucose 75; von Polyvinylpyrrolidon 462; der 17-Ketosteroide 77.

Harnstoff, colorimetrische Bestimmung mittels α-iso-Nitrosopropiophenon 74.

Harzsäure, konduktometrische Titration 453.

Heizbank, nach Kofler, mit gedehntem Temperaturbereich 370.

Heizölasche, Bestimmung von Vanadium 65.

Herbicide, siehe Schädlingsbekämpfungsmittel 65.

Hesperidin, Nachweis durch Farb- und Fluorescenzreaktion 98.

Heterogene Katalyse, Auftreten von Induktion bei Redoxydationen 324.

Heu, Bestimmung eines Fluorgehaltes 456; eines Radiokobaltgehaltes 281.

Hexachlorcyclohexan, colorimetrische Bestimmung 307; γ-Hexachlorcyclohexan, gravimetrische Bestimmung im Isomerengemisch 309.

Hexanitrodiphenylamin, siehe Dipikrylamin.

Hexanol, papierchromatographische Bestimmung 211.

Histamin, gravimetrische Bestimmung 391; Bestimmung mittels 2,4-Dinitrofluorbenzol 392.

Histidin, papierchromatographischer Nachweis 436.

Hochfrequenztitrationen, Differentialfrequenzmessers 42.

Hochofenschlacke, Bestimmung von CaO 302.

Homogene Lösungen, Fällungsmethoden 44, 45, 46.

Horizontalpapierchromatographie, siehe Chromatographie.

Hormon, andrenocorticotropes (ACTH), Bestimmung im Blut 79.

Humus, colorimetrische Bestimmung im Boden 384.

Hydrazone, Halbmikro-Kjeldahl-Verfahren zur N-Bestimmung 290.

Hydroxylgruppen, vicinale, acidimetrische Bestimmung 223.

Hyflo Super-Cel, siehe Celite.

Hyperosid, Nachweis durch Farb- und Fluorescenzreaktion 98.

Hypobromit, Verwendung zur Bestimmung von Stickstoff im Blut 460.

Indicatoren, BZL-Blau als Indicator bei Titration in wasserfreier Essigsäure 122; Verwendung von Gallussäure bei der Silbernittratitration von Vanadat 130; von Methylpurpur 63; von Murexid bei Komplexontitrationen 148; Verwendung von radioaktivem Silberisotop, zur Bestimmung von Cr, Mo und V 280; siehe auch Fluorescenzindicatoren.

Indirekte Analyse, Durchführung an dreikomponentigen Systemen 101.

Industriewasser, siehe Wasser.

Inosit, papierchromatographischer Nachweis 436.

Insecticide 307; siehe auch Schädlingsbekämpfungsmittel.

Insektenteile (-fragmente), Bestimmung als Verunreinigung von Cerealien 66.

Ionenaustausch, Herstellung von 0,001 n Kalilauge 431; Anwendung zur Schwefelbestimmung in Gummi mittels Wofatit KS 60; Bestimmung einiger Anästhetica 433; Trennung von Ketonen und Alkoholen 432; von organischen Säuren von Aldehyden und Ketonen 433; Anwendungsbereich in der Analytik 431; Verwendung von phosphat-imprägniertem Papier 215; Anwendung zur Extraktklärung bei der Zuckerbestimmung in Pflanzen 382.

Ionenaustauscher, synthetische, Verwendung zur Trennung und Isolierung von Aminosäuren durch Verdrängungschromatographie 281; Aluminiumoxyd 117; Amberlite XE 67 432; IRA 120 432; IR 400 433; Dowex 2 281, 433; Cellulose 117; Kieselsäure 120, 121; sulfoniertes Polystyren 281; Zeo-Karb 215, 281.

Ion exchangers in analytical chemistry (Samuelson) 362 [L].

Iridium, dokimastische Bestimmung 441; spektralanalytische Bestimmung 367.

Isobutanol, papierchromatographische Bestimmung 211.

Isobutylalkohol, Anwendung als Lösungsmittel bei der Schwefelkohlenstoffbestimmung 53.

Isochinolin, Titration in Eisessiglösung 123.

Isoleucin, papierchromatographischer Nachweis 436.

Isonicotinsäurehydrazid, Nachweis und Bestimmung 396; titrimetrische Bestimmung 70, 397; wachstumshemmende Wirkung 71.

Isoparathion, Bestimmung in E 605 311.

Isopropanol, papierchromatographische Bestimmung 211.

Isopropylalkohol, colorimetrische Bestimmung in Schwefelsäure 226.

„Isosbestischer Punkt", Vitamin A-Bestimmung 320.

Isotope, siehe bei den Elementen.

Jod, Bestimmung von eiweißgebundenem J in Serum 72; organisch gebunden, Bestimmung in organisch-pharmazeutischen Präparaten 385; Bestimmung in Wasser 235.

Jodzahl, Bestimmung von Gammamengen Fett 226; Bestimmung nach Rosenmund-Kuhnhenn 453.

Kainit, siehe Düngemittel.

Kalium, flammenphotometrische Bestimmung 203; Bestimmung mittels Tetraphenylbornatrium 153, 161; in Düngemitteln 153; chromatographische Trennung von Lithium und Natrium 283; photometrische Bestimmung im Blut mittels Dipikrylamin 154; spektralanalytische Spurenbestimmung in Fleisch 112; Bestimmung in Milch 446.

Kaliumbromat, Bestimmung in Mehl 294.

Kaltwellpräparate, Nachweis, Prüfung auf Thioglykolsäure 457.

Kamille, Bestimmung des Azulengehaltes 395.

Kamillenöl, Bestimmung des Azulengehaltes 395.

Karl-Fischer-Reagens, Verbesserung der Haltbarkeit 369.

Kartoffelpreßsaft, siehe Peroxydase.

Katalase, Einfluß von Aminoverbindungen auf die Fermentwirkung 272; von Farbstoffkomponenten auf die Fermentwirkung 273; künstlicher Farbstoffe auf die Fermentreaktion 267; Gewinnung aus pflanzlichem Material 268.

Katalaseaktivität, Bestimmung mittels Differentialmanometer 160.

Katalysator, aus Nickel mit Thoriumgehalt zur Sauerstoffbestimmung 379.

Katalyse, Anwendung für analytische Zwecke bei der Kupferbestimmung 125.

Kautschuk, Bestimmung des Brechungsindexes 60; von Kohlenwasserstoff in Rohkautschuk 378; colorimetrische Bestimmung von Kupfer in Kautschukchemikalien 62; Untersuchungen 58, 59, 60, 61, 62.

Kesselspeisewasser, siehe Wasser.

Kestose, R_f-Wert 210.

α-Ketoglutarsäure, R_f-Wert 212.

Ketone, Trennung von Aceton und Methyläthylketon durch Ionenaustausch 432.

α-Ketosäuren, chromatographische Bestimmung in biologischem Material 212.

Ketosteroide, Bestimmung neben Cortison 78; siehe auch 17-Ketosteroide.

17-Ketosteroide, Bestimmung mittels Girard-Reagens T 400; Bestimmung im Harn 77; Abtrennung von Nichtketosteroiden 77.

Ketozucker, spektrophotometrischer Nachweis und Bestimmung 54.

Khellin, Nachweis mittels 2,4-Dinitrophenylhydrazin 318; Bestimmung durch Polarographie und Spektrophotometrie 69, 70; im Blut 70.

Khellinin, polarographisches Verhalten 69.

Kieferknochen, Bestimmung von Fluor 72.

Kieselsäure, aktives SiO_2, zur säulenchromatographischen Trennung von Hydrazonen substituierter Benzaldehyde 121; Entfernung bei der spektralanalytischen Spurenanalyse 424; Verwendung für chromatographische Zwecke 120, 121, 281; zur säulenchromatographischen Trennung von Fettsäuren 120.

Knochenasche, Abscheidung von Beryllium 319.

Knochenmehl, Verwendung in der Säulenchromatographierung von Fischölen 119.

Kobalt, jodometrische Bestimmung 440; spektrophotometrische Bestimmung mittels Nitroso-R-Salz 131; Bestimmung in Aluminiumlegierungen 372; spektrographische Bestimmung von Nickel 111; chromatographische Trennung von Ni 434; Trennung von Zink durch Elektrolyse 126; polarographische Bestimmung in Autoölen 113; Bestimmung in Pflanzen neben Cu 380.

Kobaltchlorid, polarographische Bestimmung in wasserfreiem Pyridin 114.

Kobaltsulfid, Mitfällung neben Zinn(IV)-sulfid gemäß Säurekonzentration 437.

Kohlen, direkte Sauerstoffbestimmung nach Schütze-Unterzaucher 379; Sauerstoffbestimmung durch Hydrierung nach ter Meulen 379.

Kohlendioxyd, Apparatur zur Bestimmung in Plasma 460.

Kohlenoxyd, Bestimmung in Blut 320, 459; Bestimmung in Luft mittels Thermistoren 370.

Kohlenoxydhämoglobin, spektrophotometrische Bestimmung 460.

Kohlenstaub, Bestimmung des Gehaltes in atmosphärischem Staub 371.

Kohlenstoff, gasvolumetrische Bestimmung im vereinfachten Kohlensäureabsorber 143; Bestimmung in Metallen als Kohlendioxyd 236; neben Wasserstoff durch Elementaranalyse 131.

Kohlenwasserstoffe, Bestimmung des Gehaltes in Naturkautschuk 59; in Rohkautschuk 378; Ausmittelung aliphatischer in der forensischen Chemie durch UR- oder Raman-Spektrum 80; Nachweis und Bestimmung entzündlicher in Holz usw. 306; Ausmittelung gechlorter in der forensischen Chemie 80; Bestimmung durch Farbreaktion mit Pyridin und Natronlauge 80; Ausmittelung heterocyclischer in der forensischen Chemie durch UR- oder Raman-Spektrum 80.

C_4-Kohlenwasserstoffe, Bestimmung von Acetylenverbindungen 442.

Kohlenwasserstoffgase (Grubengase), Bestimmung des Wasserstoffgehaltes 304.

Kohleprodukte, hydriert, chromatographische Bestimmung 283.

Komplexbildner, Auftreten anodischer Depolarisationsstufen 327.

Komplexon III, Bestimmung der Gesamthärte von Wasser 284; der Kalkhärte in Wasser 284; der Kalk- und

Magnesiahärte von Wasser 284; von Nickel in Stahl über Dimethylglyoximfällung 148; Verwendung bei der Urantrennung durch Ammoniakfällung 130; Bestimmung des gesamten Zinkgehaltes in Lithopone 285; von Zink und Blei in Zinkweiß 285; des Zinkoxydgehaltes in Lithopone 285; Lösung als Maßflüssigkeit zur Zinkbestimmung in Al und Al-Legierungen 17.

Konduktometrie, Bestimmung von Seife, freien Fett- und Harzsäuren bzw. freiem Alkali 453.

Krauseminzenöl, Bestimmung von Carvon 395.

Kriminalistik, Anwendungsmöglichkeiten der Spektralanalyse 365.

Künstliche Farbstoffe, Einfluß auf Fermentreaktionen 25, 35, 267, 352; siehe auch Teerfarbstoffe.

Künstliche radioaktive Isotope in Physiologie, Diagnostik und Therapie (Schwiegk und 32 Mitarb.) 362 [L].

Kuhmilch, siehe Milch 232.

Kupfer, Bestimmung auf Grund der Katalyse der Eisen(III)-Thiosulfatreaktion 125; Antimonbestimmung in Kupfer 221; photoelektrische Bestimmung von Antimon in Kupfer 238; spektrographische Bestimmung von Kupfer in Duraluminium 110; Bestimmung neben Eisen 126; in Eisen-Titanlegierungen 148; Bestimmung in Eisen und Stahl 125; colorimetrische Bestimmung in Stahl mittels Rubeanwasserstoffsäure 147; Bestimmung in Gußeisenlagermetall 373; Bestimmung in Zink 239; spektrographische Bestimmung in Zink 109; Bestimmung sekundärer Sulfide in Kupfer-Zink-Erzgemischen 299; chromatographische Trennung von Ni 434; Bestimmung in biologischem Material 459; in Pflanzen neben Co nach der Carbaminatmethode 380; spektralanalytische Spurenbestimmung in Fleisch 112; colorimetrische Bestimmung in Kautschukchemikalien mittels Zinkdibenzyldithiocarbaminat 62.

Kupfer(II)-diäthyldithiocarbaminat, Bestimmung von Schwefelkohlenstoff 53.

Kupferlegierungen, Zinnbestimmung 149.

Kupferron, Adsorption von Metall-Ionen 8; Löslichkeit in verdünnter Schwefelsäure 2; Lösungs- und Zersetzungsgeschwindigkeit 6; Mitfällung der freien Verbindung neben Metallsalzen bei deren Fällung 13.

Kurzes Handbuch der Chemie. Die Eigenschaften der Elemente und Verbindungen. II. Teilband, Biz-K. (Koglin) 279 [L].

Laboratorium (klinisches), Anwendung ultramikroanalytischer Methoden 457.

Lactose, Bestimmung in Milch 445; R_f-Wert 210.

Lävulose, R_f-Wert 210.

Lanthan, Fällung aus homogener Lösung als Carbonat 44; Trennung von La-Ce-Gemischen durch Fällung aus homogener Lösung 45; Trennung von La-Pr-Gemischen aus homogener Lösung 45.

Larocain, Erfassung mittels Ionenaustausches 433.

Laurinsäure, papierchromatographische Bestimmung 212.

Laurylpyridiniumchlorid, Nachweis in Waschmitteln 377.

Lebensmittel, Vereinheitlichung der Fettbestimmung 295.

Leder, Bestimmung des Chromgehaltes 311.

Legierungen, Cadmiumbestimmung in solchen von Kabel-Schutzüberzügen 237; Bestimmung von Kupfer in Fe-Ti-Legierungen 148; photocolorimetrische Titanbestimmung 237; Sn-Bestimmung in Si-haltigen Bronzen 150; siehe auch bei den Metallen.

Leucin, papierchromatographischer Nachweis 436, 437; Trennung von Isoleucin 437; titrimetrische Bestimmung mittels Ninhydrin 141.

Lichtgrün SF, gelblich, Einfluß auf die Katalase 270; Einwirkung auf Fermentreaktionen 26, 37, 270, 356.

Ligninsulfonsäure, Bestimmung in Sulfitzellstoffablauge 455.

Lindan, Bestimmung durch die Janovsky-Reaktion 307.

Lipoide, Bestimmung im Blut 462.

Lipoidhydrolysate, chromatographische Bestimmung 435.

Lithium, chromatographische Trennung von Na und K 283.

Lobelia officinalis, Bestimmung des Alkaloidgehaltes 316.

Lösungsgemische, wäßrige, zahlenmäßige Erfassung der Pufferkapazität 286.

Luft, spektrographische Berylliumbestimmung 108, 109; Bestimmung von Fluor 222; polarographische Bestimmung von Zinkoxyd 112; Bestimmung von Alkohol und Äthyläther nebeneinander 143; siehe auch atmosphärische Luft.

Lumineszenzanalyse, Nachweis von Ascorbinsäure und Mercaptoverbindungen 263.

Lutein, oxydative Einwirkung von Celiten 121.

Lysin, papierchromatographischer Nachweis 436.

Magensaft, Hemmung der Proteolyse durch Farbstoffe 27; Wirkungshemmung durch Teerfarbstoffe 25.

Magnesium, Fällung aus homogener Lösung 44; titrimetrische Bestimmung 216; Härtebestimmung in Wasser mittels Komplexon III 284; colorimetrische Bestimmung in Wasser 450; im Zement 57; spektralanalytische Spurenbestimmung in Fleisch 112.

Magnesiumlegierung, Nachweis von Zinn durch Tüpfelung 371; colorimetrische Thoriumbestimmung 238.

Maleinsäure, Bestimmung neben Phthalsäure 140.

Maltose, Bestimmung in Gegenwart von Glucose 294; R_f-Wert 210.

Mangan, Bestimmung nach der Persulfatmethode 130; von Ultramikromengen durch coulometrische Titration 430; volumetrische Bestimmung mit mehrwertigem Silber 48; Bestimmung in Gußeisen und Stahl 145; Bestimmung neben Cr im Nickelelektrolyt 304; spektralanalytische Spurenbestimmung in Fleisch 112; katalytische Mikrobestimmung in biologischem Material 461.

Manganoxydul, Bestimmung neben Al_2O_3 und P_2O_5 in Schlacken 302.

Mannose, R_f-Wert 210.

Mannosidostreptomycin, Bestimmung mittels Perjodsäure 392; neben Streptomycin 393.

Massenspektrometrie, Anwendung im Mikro-N-Verfahren 64; Bestimmung von Deuterium in organischen Verbindungen 209.

Medomin, toxikologischer Nachweis 464.

Meerwasser, Arsenbestimmung durch Aktivierungsanalyse 207; siehe auch Wasser.

Mehl, Nachweis von Stechapfelsamen in Buchweizenmehl 445; Bestimmung des Feuchtigkeitsgehaltes 231; von Kaliumbromat 294.

Melezitose, R_f-Wert 210.

Melibiose, R_f-Wert 210.

Menthol, säulenchromatographische Trennung von Pulegon 119.

Mercaptoimidazole, Nachweis und colorimetrische Bestimmung mittels Wismutjodid 313.

α-Mercaptopropionsäure, lumineszenzanalytischer Nachweis 266.

Mercaptoverbindungen, lumineszenzanalytischer Nachweis 263, 266.

Metallcarbide, Bestimmung in hochlegierten Stählen 144.

Metalle, Bestimmung des C-Gehaltes durch Verbrennung 236.

Metallgifte, Ausmittelung in der forensischen Chemie 80.

Metallhydroxyde, Fällung aus homogener Lösung unter Verwendung von Harnstoff 44.

Metaphosphorsäure, Bestimmung und Trennung von Zirkonium in homogener Lösung 44.

Methanol, Ausmittelung in der forensischen Chemie neben Äthanol 80; papierchromatographische Bestimmung 211; ternäres System mit Äthylenglykol und Wasser 287.

Methoxyl, Fehlerquellen bei der Mikrobestimmung 224.

Methylacrylat, titrimetrische Bestimmung 375.

Methylalkohol, colorimetrische Bestimmung in Kohlenwasserstoffen 226; Unterscheidung neben Äthylalkohol im Blut 157.

Methylamin, Nachweis mit Tetrachlorchinon 72.

3-Methyl-1-butanol, papierchromatographische Bestimmung 211.

Methyl-Cellosolve, siehe Äthylenglykolmonomethyläther.

Methylenblau, Verwendung zur colorimetrischen Bestimmung von Natriumcetylsulfat 226.

Methylengruppen, hochaktive, Nachweis durch Farbreaktion 224.

C-Methylgruppen, Bestimmung in langkettigen aliphatischen Verbindungen 376.

Methylhomatropin, Bestimmung in Arzneipräparaten 317.

Methylimid, Fehlerquellen bei der Mikrobestimmung 224.

1-Methyl-2-mercaptoimidazol, Colorimetrierung mittels Wismutjodid 313.

4-Methyl-2-mercaptoimidazol, Colorimetrierung mittels Wismutjodid 313.

Methylmethacrylat, Titration mittels Permanganatlösung 375.

m-Methylolphenol, R_f-Wert 214.

p-Methylolphenol, R_f-Wert 214.

Methylolphenole, papierchromatographischer Nachweis in Gemischen 214.

Methylorange, Anwendung zur Chloraminbestimmung in Wasser 56; Kjeldahl-N-Bestimmung 291.

Methyloxalat, Verwendung zur Fällung von Calcium aus homogener Lösung 45.

2-Methyl-8-oxychinolin, siehe 8-Oxychinaldin.

Methylpentose, Nachweis in Polysacchariden 54.

2-Methyl-1-propanol, papierchromatographische Bestimmung 211.

Methylpurpur, Anwendung als Indicator 63.

Methylsalicylat, colorimetrische Bestimmung 386.

Methylthiouracil, Colorimetrierung mittels 2,6-Dichlorchinonchlorimid 390.

Methylviolett, Verwendung zur photometrischen Bestimmung von Antimon 220.

Mikroanalytische Bestimmung von Schwefel in organischen Substanzen 137.

Mikrostickstoffbestimmung, Abänderung des Verfahrens nach Dumas-Pregl 132; der Carlsberg-Modifikation des Kjeldahl-Verfahrens 132; Bestimmung des Fehlers durch Luftadsorption 132; siehe auch Stickstoff.

Milch, Bestimmung des Kaliums als Tetraphenyloborat 446; Bestimmung von Calcium im Ultrafiltrat 295; Bestimmung des Caseingehaltes von Kuhmilch 232; Bestimmung des Lactosegehaltes 445.

Milchfett, Bestimmung des Gehaltes in Backwaren und Nährmitteln 232.

Milchsäure, Bestimmung des Gehaltes an freier und gesamter Säure 374; colorimetrische Bestimmung in Gegenwart von Adrenalin 157.

Milchultrafiltrat, siehe Milch.

Millerit, Bestimmung des Nickelgehaltes 301.

Mineralien, Bestimmung von Ti, Nb, Ta 50; siehe auch Erze.

Mineralöl, Bestimmung von Chlor und Schwefel 64; chromatographische Trennung der aliphatischen, der einkernig und zweikernig aromatischen Bestandteile verschiedener Fraktionen 118; siehe auch Autotraktoröl.

Mineralwässer, Bestimmung von Halogenen 235; siehe auch Wasser.

Mischdünger, Fällung wasserlöslicher Phosphorsäure 191.

Mistellen, Unterscheidung von Dessertweinen 435.

Molybdän, Bestimmung mit Hilfe von ^{110}Silberisotop 280; Titration nach chromatographischer Trennung von V 433.

Monazitsand, Bestimmung von Thorium 217.

Monocarbonsäuren, siehe Fettsäuren.

Morin, Nachweis durch Farb- und Fluorescenzreaktion 98.

Morphin, Titration in wasserfreier Essigsäure 122.

Morpholin, Titration in Eisessiglösung 123.

Muconsäure, polarographische Bestimmung der trans-trans- und cis-cis-Form 114.

Myristinsäure, papierchromatographische Bestimmung 212.

Nährmittel, Bestimmung des Gehaltes an Gesamt- und Milchfett und Ei in diätetischen Nährmitteln 232.

1,2-Naphthochinon-4-sulfonsäure, Reagens auf Aminosäuren, insbesondere Ascorbinsäure 264.

α-Naphthol, Hemmwirkung auf die Katalase 273.

β-Naphthol, Hemmwirkung auf die Katalase 273.

Naphtholrot S, Einwirkung auf Fermentreaktionen 26, 37, 270, 355; Einfluß auf die Katalase 270; ungünstige Einflüsse auf Verdauungsvorgänge im Magen 34.

Naphthoresorcin, Reagens auf Glucuronsäure und Glucuronide 339.

α-Naphthylamin, Hemmwirkung auf die Katalase 273; Verwendung zum Nachweis von Nitrit 89.

Narcein, Titration in wasserfreier Essigsäure 122.

Natrium, flammenphotometrische Bestimmung 203; chromatographische Trennung von Lithium- und Kaliumhydroxyd 283; Bestimmung in biologischem Material mittels Uranylzinkacetat 458; spektralanalytische Spurenbestimmung in Fleisch 112.

Natriumacetat, Titration in wasserfreier Essigsäure 122.

Natriumbenzoat, Titration in wasserfreier Essigsäure 122.

Natriumcetylsulfat, colorimetrische Bestimmung als Cetylschwefelsäure-Methylenblauverbindung 226.

Natriummercaptobutansulfonat, lumineszenzanalytischer Nachweis 266.

Natrium-1,2-naphthochinon-4-sulfonat, Verwendung zum Tüpfelnachweis von Alkylpyridinhalogeniden 377.

Natriumoxyd, Gehaltsbestimmung in Al_2O_3 durch Sinterung mit Borsäure 374.

Natriumsalicylat, colorimetrische Bestimmung 386; Bestimmung in Ampullenflüssigkeit 386; in Elixier NF 386; in Mischtabletten neben Theobromin 386; Titration in wasserfreier Essigsäure 122.

Natronlauge, R_f-Wert 214.

Naturkautschuk, Ermittlung des Kohlenwasserstoffanteils durch Brechungsindex 59; siehe auch Kautschuk bzw. Gummi.

Neutralfett, siehe Fette.

Neutronen-Aktivierungsanalyse, Bestimmung kleinster Mengen Arsen 205; As-Bestimmung im Meerwasser 206; in biologischem Material 206.

Nickel, Bestimmung durch Fällung aus homogener Lösung 46; Bestimmung in Arsenaten 301; in Arseniden 300; in Arsenido-Sulfidverbindungen 301. in Sulfiden 301; von Sulfaten in Nickelerzgemischen 301; in Nickelin, Chloanthit und Smaltin 301; in Pyriten bzw. Disulfiden 301; in Silicatnickel in Erzgemischen 301; spektrographische Bestimmung in metallischem Kobalt 111; Titration mittels Komplexon III über die Dimethylglyoximfällung zur Bestimmung in der Stahlanalyse 148; Antimonbestimmung 221; papierchromatographische Trennung von Kupfer und Kobalt 434.

Nickelarsenat, Bestimmung von Nickel 301.

Nickelarsenid, Bestimmung in Nickelerzen 300.

Nickelarsenidosulfidverbindungen, Bestimmung des Nickelgehaltes 301.

Nickeldisulfide (Pyrite), Bestimmung des Nickels 301.

Nickelelektrolyt, Bestimmung von Mn und Cr 304.

Nickelerze, rationelle Analyse 300.

Nickelin, Bestimmung des Nickelgehaltes in Erzgemischen 301.

Nickelsilicat, Bestimmung des Nickelgehaltes 301.

Nickelsulfat, Bestimmung von Nickel in Erzgemischen 301.

Nickelsulfid, Bestimmung von Nickel 301.

Nigrosin LR, Einfluß auf die Katalase 270; Einwirkung auf Fermentreaktionen 26, 38, 270, 356.

Ninhydrin, Umsetzung mit Aminosäuren zu deren Bestimmung 141, 142.

Niobium, Nachweis und Bestimmung mittels Morin 51; mittels Quercetin 51; oxydimetrische Bestimmung 48; Bestimmung von Tantal neben Titan 49; Bestimmung neben Ti und Ta in Stahl und Mineralien 50; Trennung von Tantal durch Chlorierung 51.

Nitranilsäure, Verwendung zur Bestimmung von Histamin 391.

Nitroglycerin, Unterscheidung von Amylnitrit 456.

Nitrophenole, Bestimmung in E 605 310.

p-Nitrophenyl-O-S-diäthylthiophosphat, siehe E 605 310.

Nitrophoska, siehe Düngemittel.

Nitroprussidnatrium, Verwendung als Reagens auf Guanidin 314.

Nitrosophenylhydroxylamin, Eigenschaften des Ammoniumsalzes 2.

α-iso-Nitrosopropiophenon, Reagens zur Bestimmung von Harnstoff 74.

Nitroso-R-Salzmethode zur spektrophotometrischen Bestimmung von Kobalt 131.

Nomogramm, Umrechnung von Gasvolumina 287.

Norit, siehe Aktivkohle.

Norleucin, papierchromatographischer Nachweis 437.

Norvalin, papierchromatographischer Nachweis 437; papierchromatographische Trennung von Phenylalanin 437.

Novalgin, Trennung von Pyramidon 283.

Novocain, colorimetrische Bestimmung neben p-Aminobenzoesäure 389.

Novocainhydrochlorid, spektrophotometrischer Nachweis und Bestimmung 389.

Nupercain, Erfassung mittels Ionenaustausch 433.

Nux vomica, siehe Brechnuß.

Oberflächenwasser, siehe Wasser.

Obstwein, chromatographischer Nachweis von Traubenwein 230.

Ölsäure, papierchromatographische Bestimmung 212.

α-Oestradiol, Bestimmung neben Oestrol durch Fluorimetrie 79.

Oestrogene, spektrophotometrische Bestimmung neben Diäthylstilböstrol 79.

Oestron, Bestimmung neben α-Oestradiol durch Fluorimetrie 79.

Ofen, automatisiert, zur Elementaranalyse von Sauerstoff 288.

Olefinische Doppelbindungen, Titration mittels Ozon 138.

Oleum sinapsis, Bestimmung in Senfsamen 313.

Orange GG konz., Einfluß auf die Katalase 270; Einwirkung auf Fermentreaktionen 26, 37, 270, 355; ungünstige Einflüsse auf Verdauungsvorgänge im Magen 34.

Orange SXX, Einfluß auf die Katalase 270; hemmende Wirkung auf den tryptischen Eiweißabbau 37; Einwirkung auf Fermentreaktionen 26, 37, 270, 355.

Organe einer Maus, Arsenbestimmung durch Aktivierungsanalyse 207.

Organische Basen, Bestimmung in pharmazeutischem Material 317.

Organische Verbindungen, massenspektrometrische Bestimmung von Deuterium 209; Bestimmung von Chlor 136; Bestimmung von ionogen gebundenen Chlor neben Säurechloriden 137; von Halogenen 136; mikroanalytische Bestimmung von Chlor neben Brom 137; Bestimmung von Fluor 291; von Sauerstoff 291; von C-Methylgruppen 376; von organisch gebundenem Jod 385; papierchromatographische Bestimmung fettlöslicher Körper 212.

Oxalat, Bestimmung in Pflanzen 381.

Oxalessigsäure, R_f-Wert 212.

Oxime, Halbmikro-Kjeldahl-Verfahren zur N-Bestimmung 290.

p-Oxybenzoesäure, papierchromatographische Bestimmung 213.

p-Oxybenzoesäureester, Bestimmung in festen fettfreien Lebensmitteln 387; Bestimmung in flüssigen fettfreien Lebensmitteln 387; Bestimmung in fetthaltigen Lebensmitteln 387; Bestimmung in reinen Lösungen und in Lebensmitteln 386; Trennung und Bestimmung durch Verteilungschromatographie 282.

p-Oxybenzoesäurepropylester, Bestimmung durch Titration 386.

Oxycellulose-Technik, zur Hormonbestimmung im Blut 79.

8-Oxychinaldin, selektives Fällungsreagens für Zn, In, U, Sc, Th, Pb 369.

Oxydationsstufen, Auftreten im Stabilitätsbereich bei der Elektrolyse 431.

Oxydimetrie, Elektroreduktion und Bestimmung von Niobium 48.

Oxymethylfurfurol, chromatographische Trennung von Weinbestandteilen 435.

Oxyprolin, papierchromatographischer Nachweis 436.

Ozon, jodometrische Bestimmung in Sauerstoff 125; Verwendung zur Titration von olefinischen Doppelbindungen 138.

Palladium, spektralanalytische Bestimmung 367; spektrophotometrische Bestimmung mittels Bromid 440.

Palmitinsäure, papierchromatographische Bestimmung 212.

Papaverin, Titration in wasserfreier Essigsäure 122.

Papier, Verwendung von phosphatimprägniertem Papier zum Ionenaustausch 215.

Papierchromatographie 209, 433; Titration von Mo und V nach chromatographischer Trennung 433; Trennung des Nickels von Cu und Co 434; Nachweis einiger sympathicomimetischer Amine 215; von Fremdfarbstoffen in Wein 435; herzwirksamer Glucoside, usw. 214; der Methylolphenole 214; vorbereitende Verwendung bei der Colorimetrierung von Aminosäuren 142; Bestimmung von Aminosäuren 158, 213; flüchtiger aliphatischer Alkohole 211; von α-Ketosäuren in Blut und Urin 212; von Konservierungsmitteln in Nahrungsmitteln 213; Horizontalchromatographie zur Behandlung von Lipoidhydrolysaten 435; (Horizontal-), zweidimensionale Trennung von Threonin, Alanin, Oxyprolin, Prolin, Histidin 436; Bestimmung von Maltose in konvertierter Stärke 211; von Raffinose in Rohzucker 209; R_f-Werte von Zuckern 210; Unterscheidung von Mistellen gegenüber Dessertweinen 435; Abtrennung von Oxymethylfurfurol aus Wein 435; Bestimmung und Trennung von Eiweißabbauprodukten 436; Bestimmung von Cholin und Sphingosin mit der Phosphor-Molybdän-Reaktion 436; von fettlöslichen Verbindungen 212; von Glutaminsäure, Serin, Äthanolamin und Sphingosin mit der Ninhydrinreaktion 436; von Inosit, Galactose und Glycerin mit der Silbernitratreaktion 436; Trennung von Gitoxigenin, Gitoxin und Purpureaglucosid B 71; automatische Radioaktivitätsbestimmung in Chromatogrammen 216; Herstellung einwandfrei reproduzierbarer Flecken 209; Ionenaustausch auf imprägniertem Papier 215; Verwendung zweier gleichzeitig wirkender mobiler Phasen 210.

Paraffinöl, Bestimmung der Jodzahl 453.

Paraffinum liquidum, Bestimmung der Jodzahl 453.

Paraldehyd, Ausmittelung in der forensischen Chemie 80.

Parathion, Bestimmung von Verunreinigungen 310.

PAS, siehe p-Aminosalicylsäure.

Patentblau AE, Einfluß auf die Katalase 270; Einwirkung auf Fermentreaktionen 26, 38, 270, 356; hemmende Wirkung auf den tryptischen Eiweißabbau 37.

Patentkali, siehe Düngemittel.

Penicillin, Bestimmung mittels der Plattenmethode durch Staphylococcus aureus 320.

Pentachlorphenol, UV-spektrophotometrische Bestimmung 65.

Pentanol, papierchromatographische Bestimmung 211.

Pepsin, Wirkungshemmung durch methylierte Farbstoffe 29; durch Teerfarbstoffe 25.

Peptide, Bestimmung von Aminosäuren 158.

Perchlorsäure, Aufschluß von chromhaltigen Eisenlegierungen 372.

Percuprimetrische Titrationen, Bestimmung von Glucose in Blut und Harn 123; Bestimmung von normalen und pathologischen Serumeiweißen 124.

Permanganat, coulometrische Titration 430.

Peroxydase, Beeinflussung von Kartoffelpreßsaft durch künstliche Farbstoffe 352; Einfluß reduktiver Spaltstücke von Teerfarbstoffen 356; Gehaltsbestimmung in Kartoffelpreßsaft 353.

Pervitin, papierchromatographischer Nachweis 215.

Petlandit, Bestimmung des Nickelgehaltes 301.

Petroleum, Stickstoffbestimmung 63.

Pflanzen, Bestimmung des Gehaltes an Zn 380; an Co und Cu 380; Bestimmung von Bor mittels Chinalizarin 381; von Oxalat-Ion 381; von Sulfat-Ion und Schwefel 152; Fluorbestimmung in Heu 456; Serienbestimmung von Carotin 382; Bestimmung von Phytosterinen 383; des Gehaltes an Stärke 382; Klärung von Extrakten zur Zuckerbestimmung durch Ionenaustausch 382; spektrochemische Spurenanalyse 423.

Pflanzenasche, Messung der Alkalität 380.

Pharmacopoea Internationalis (World Health Organization) 67 [L].

Pharmazeutisches Material, Prüfung auf Schwermetallverunreinigungen 384;

Bestimmung organischer Basen 317; Bestimmung von Codein in galenischen Produkten 316; von Coffein und Phenacetin neben Acetylsalicylsäure 282; von Histamin 392; von Strychnin und Chinin 316; Trennung des Pyramidons von Antipyrin, Novalgin, Coffein 283; Bestimmungsmethoden von Arzneimitteln 280.

Phenacetin, Bestimmung von Acetylsalicylsäure 386; von Acet-4-chloranilid 68; Bestimmung neben Coffein und Acetylsalicylsäure 282.

o-Phenanthrolin, Verwendung zur colorimetrischen Bestimmung von Vanadium 249.

Phenol, R_f-Wert 214.

Phenole, Nachweis mittels Eisen(III)-chlorid 444; colorimetrische Bestimmung in Oberflächen- und Industriewässern 57; Bestimmung flüchtiger Phenole in Abwasser 449.

Phenylalanin, papierchromatographischer Nachweis 437; Trennung von Tyrosin an Kohle durch Deutung der Adsorptionsisothermen 117.

Phenylbrenztraubensäure, R_f-Wert 212.

Phenylpyramin, Bestimmung in Arzneipräparaten 317.

Phenylsalicylat, colorimetrische Bestimmung 386.

Phosphate, Analyse verschiedener Phosphate in Gemischen 359.

Phosphatide, Bestimmung im Blut 462.

Phosphor, gelber, Ausmittelung in der forensischen Chemie 80; Bestimmung von gelbem in rotem Phosphor 296; spektralanalytische Spurenbestimmung in Fleisch 112.

Phosphorpentoxyd, Bestimmung neben MnO und Al_2O_3 in Schlacken 302.

Phosphorsäure, Abänderung der Fällungsweise wasserlöslicher in Superphosphat und Mischdünger 191; Bestimmung in Siemens-Martin-Schlakke 303; citronensäurelöslich, Abänderung der Eisencitratmethode zur Bestimmung im Thomasphosphat 191; Bestimmung in Thomasphosphat 191.

Phosphorwasserstoff, Ausmittelung in der forensischen Chemie 80.

Phosphorwolframsäure, Anwendung zur Bestimmung des Vanadiumgehaltes von Heizölaschen 65.

Photometrie, Sulfatbestimmung durch Titration 53; von Kalium im Blut154; von Titan in säurefestem Stahl 145; von Silicium in Stahl 145; von Titan in Stahl 146; Mikrobestimmung von γ-Globulin des Menschen 76; Bestimmung von Sesamin 154; Bestimmung von Pyridin in Wasser und Ammoniaklösungen 81, 87.

Phthalsäure, Bestimmung neben Maleinsäure 140.

Phthalylsulfathiazol, acidimetrische Bestimmung 72.

Phytosterine, Bestimmung durch Halbmikrotitration 383.

Pikrinsäure, Verwendung zu Kristallvergrößerungen 53.

Pilocarpin, colorimetrische Bestimmung, auch seiner Salze 391.

Pinen, säulenchromatographische Trennung von Limonen 119.

Piperidin, Titration in Eisessiglösung 123.

Plasma, Bestimmung von Cu 459; Kohlendioxydbestimmung 460; Bestimmung von Polyglucose durch Titration 75; von Polyvinylpyrrolidon 462; von Salicylat 158; von Tyrosin und Tyramin 457; von Tocopherol 160; siehe auch biologisches Material.

Platin, spektralanalytische Bestimmung 367.

Platinmetalle, spektralanalytische Bestimmung von Pd, Pt, Ir und Rh 367.

Plattenmethode, Penicillinbestimmung durch Staphylococcus aureus 320.

Plutonium, Abscheidung als Plutonyl-Ion elektrolytisch auf Platin 208.

Polamidon, Bestimmung mittels Reinecke-Salz 394.

Polarimetrie, Bestimmung von Glykogen 457.

Polarographie, Bestimmung von Al in Anwesenheit von Eisen(III) und Calcium 401; von AgCl, $CoCl_2$ und $AsBr_3$ in wasserfreiem Pyridin 114; von Co in Mineralöl 113; von Sn und Sb in Blei 113; von Ti in Aluminiumlegierungen 205; von ZnO in Luft 112; von organisch gebundenem Jod 385; von Cyclo-Octatetraen 205; von Khellin 69; von Khellin im Blut 70; der trans-trans- und cis-cis-Muconsäure 114; von Tyrosin 141; Beziehung Diffusionsstromstärke und Spitzen-

stromstärke 204; indirekte Analyse durch Komplexbildner 327.

Polyäthylenglykole, verschiedene Nachweise 375.

Polydimit, Bestimmung des Nickelgehaltes 301.

Polyglucose, Bestimmung synthetischer Polyglucose in Blut und Harn mittels Anthron 75.

Polyglykolglucosamin, Anwendung zur Bestimmung von Ligninsulfonsäure 455.

Polygonum, hydropiper L., Bestimmung der Flavonole und Flavonolglucoside 390.

Polymethinfarbstoff, Bildung bei Reaktion auf primäre aromatische Amine 81.

Polysaccharide, Nachweis von Methylpentose 54.

Polyvinylpyrrolidon, colorimetrische Bestimmung in Blut, Plasma und Harn 462.

Ponceau 6 R, Einfluß auf die Katalase 270; Einwirkung auf Fermentreaktionen 26, 37, 270, 355; ungünstige Einflüsse auf Verdauungsvorgänge im Magen 34.

Potentiometrie, Zinkbestimmung in Aluminiumlegierungen 149; Bestimmung von Bromiden 440; Zusammenhänge der Potentialeinstellung mit den Polarisationskurven 114; siehe auch Titrationen in wasserfreier Essigsäure.

Praseodym, Fällung aus homogener Lösung als Carbonat 44.

Probenehmen, Vorschriften für Ferrolegierungen 372.

Procain, Erfassung mittels Ionenaustausches 433; siehe auch p-Aminobenzoyldiäthyl-aminoäthanolhydrochlorid.

Procain-Penicillin, Bestimmung von Äthylenglykol 392.

Proflavin, colorimetrische Bestimmung 318.

Prolin, papierchromatographischer Nachweis 436.

Propanol, papierchromatographische Bestimmung 211.

1,2-Propylenglykol, Bestimmung in Äthylenglykol 442.

Propylthiouracil, colorimetrische Bestimmung mittels 2,6-Dichlorchinonchlorimid 390.

Pseudosaccharinchlorid, Verwendung zum Nachweis von Glykolen 256.

Pufferkapazität, zahlenmäßige, tabellarische Erfassung 286.

Purpureaglucosid B, Bestimmung durch Fluorescenzreaktion 71.

Pyramidon, Titration in wasserfreier Essigsäure 122; Trennung von Antipyrin, Novalgin, Coffein 283.

Pyrazolonderivate, Titration in wasserfreier Essigsäure 122.

Pyridin, Titration in Eisessiglösung 123; Fällungsmittel zusammen mit Chlorsulfonsäure für Cholesterin 77; homologe Methylverbindungen, Titration in Eisessiglösung 123; photometrische Bestimmung in Wasser und Ammoniaklösungen 81; Unterscheidung von Pyrrolen in Schieferölen und Petroleumdestillaten 123; polarographische Bestimmung von AgCl, $CoCl_2$ und $AsBr_3$ in wasserfreiem Pyridin 114.

Pyridinderivate, Halbmikro-Kjeldahlverfahren 290.

Pyridinhydrazide, Nachweis und Bestimmung 396.

Pyrit, Schwefelbestimmung 196.

Pyritschwefel, Bestimmung in Gesteinen und Erzen 299.

Pyrophosphat, verbesserte Bestimmung 359.

Pyrrhotinschwefel, Bestimmung in Gesteinen und Erzen 299.

Qualitative analysis and analytical chemical separations (West, Vick, le Rosen) 361 [L].

Quaternäre Ammoniumverbindungen, Bestimmung durch Fällung als Reinecke-Salz 228; kristallographischer Nachweis 228.

Quecksilber, Bestimmung kleiner Mengen durch Spektrophotometrie 128.

Quecksilberchloramid, Reaktion auf Antipyrin 69.

Quercetin, Nachweis durch Farb- und Fluorescenzreaktion 98.

Quercitrin, Nachweis durch Farb- und Fluorescenzreaktion 98.

Radioaktives Material, spektrographische Bestimmung von α-strahlendem Material 368.

Radioaktivität, automatische Bestimmung von Papierchromatogrammen 216.

Radiochemische Analyse, Kombination mit chromatographischer Technik 215; Verwendung von Radiosilber ^{110}Ag 280; Bestimmung von Radiokobalt ^{60}Co 281.

Radiochemische Arbeitsmethoden, Anwendung auf Prüfung der K-Bestimmung als Tetraphenyloborat 177.

Radiokobalt, siehe Kobalt.

Radiosilber, siehe Silber.

Raffinose, chromatographische Bestimmung in Rohzucker 209; R_f-Wert 210.

Raney-Nickel, Anwendung bei der Analyse von organisch gebundenem Chlor 69.

„Ranzol", Nachweismittel für die Ranzigkeit von Fetten 448.

Rauchgasschädigung, Bestimmung des Fluorgehaltes von Heuproben 456.

Reagenzien, 2-Amino-4-chlormethylthiazolhydrochlorid, zum Nachweis von Nitrit-Ion 91; Ammoniumthiocarbaminat zur geruchfreien Sulfidfällung in der Analyse 368; Carbazol zum Nachweis und zur Bestimmung von Ketozucker und Triosen 54; Diantipyrylmethan als Fällungsmittel für Cadmium 127; 2,4-Dinitrophenylhydrazin, Verwendung zum Khellinnachweis 318; 1,2-Naphthochinon-4-sulfonsäure, Verwendung in der Lumineszenzanalyse 264; Verwendung von Naphthoresorcin zur Bestimmung von Glucuroniden und Glucuronsäure 399; α-iso-Nitrosopropiophenon, zur colorimetrischen Bestimmung von Harnstoff 74; 8-Oxychinaldin als Fällungsreagens für Zn, In, Sc, U, Th, Pb 369; Pseudosaccharinchlorid zum Nachweis von Glykolen und seiner Derivate 256; Pyridin und Chlorsulfonsäure, Fällungsmittel für Cholesterin 77; „Stilbazo" als colorimetrisches Reagens zur Al-Bestimmung 128; Verwendung von Thrombocid zur Eiweißtitration 159; Vanillin zur Thoriumbestimmung 217; Zimtsäure zur Thoriumbestimmung 217.

Redoxtitration, Katalyse und Induktion 321.

Reduktionsmittel, aktive, O-Bestimmung in Wasser bei ihrer An- und Abwesenheit 181.

Reinecke-Salz, Verwendung zur Bestimmung von quaternären Ammoniumverbindungen 228.

Reinnickel, siehe Nickel.

Resorcin, Hemmwirkung auf die Katalase 273.

Rhamnose, R_f-Wert 210.

Rhodamin B, Einfluß auf die Katalase 270; Einwirkung auf Fermentreaktionen 26, 38, 270, 356.

Rhodium, spektralanalytische Bestimmung 367.

Rhodulinorange NO, Einfluß auf die Katalase 270; Einwirkung auf Fermentreaktionen 26, 38, 270, 356.

Ribose, R_f-Wert 210.

Rinderzähne, Bestimmung von Fluor in gesunden und kranken R. 72.

Röntgenstrahlen, Anwendung zur Unterscheidung von Stärkearten 231.

Rohfaser, Bestimmung des Gehaltes in Getreide 231.

Rohkautschuk, Bestimmung von Kohlenwasserstoff 378; siehe auch Kautschuk, sowie Gummi.

Rohwasser, siehe Wasser.

Rohzucker, chromatographische Raffinosebestimmung 209; siehe auch Zucker.

Rubidium, Bestimmung als Tetraphenyloborat 161.

Rutin, Nachweis durch Farb- und Fluorescenzreaktion 98.

Saccharose, R_f-Wert 210.

Säulenchromatographie, Analyse eines Eluates mittels Veränderung der Dielektrizitätskonstante 116; Bedeutung des Verlaufs der Adsorptionsisothermen 116; Bestimmung von Thorium neben spektralreinem La_2O_3 durch Säulenchromatographie in Verbindung mit Spektrographie 118; Verwendung von „Verbundsäulen" zur Chromatographierung von Uran und Thorium in Erzen 117; Isolierung von Uran aus As- und Mo-haltigen Erzen 117; Analyse von Mineralölen an Silicagel 118; Bestimmung von Bromaten in Schweröldestillaten 306; von Vitamin A in Fischölen 119; Trennung von 2,4-Dinitrophenolhydrazonen substituierter Benzaldehyde 121; Trennung von Fettsäuren 120;

von Terpenen 119; siehe auch Chromatographie.

Säure, flüchtige, Bestimmung in Wein 293.

Säurechloride, Bestimmung neben ionogen gebundenem Chlor 137.

Säurezahl, Mikrobestimmung 453.

Salicylat, colorimetrische Bestimmung in Serum oder Plasma 158; durch Farbreaktion mit Eisennitrat 385.

Salicylsäure, Bestimmung neben p-Oxybenzoesäureestern 388; papierchromatographische Bestimmung 213.

Salicylsalicylsäure, colorimetrische Bestimmung 386.

Saligenin, R_f-Wert 214.

Salpetersäureester, Nachweis 456.

Salpetrigsäureester, Nachweis 456.

Salze von Alkaloiden mit anorganischen Säuren, Titration in wasserfreier Essigsäure 122.

Salze schwacher Basen mit organischen Säuren, Titration in wasserfreier Essigsäure 122.

Santonin, colorimetrische Bestimmung 396.

Sapoacidimeter, Apparat zur Schnellbestimmung von Fettsäuren 452.

Sauerstoff, Bestimmung in Kohlen durch Hydrierung 379; jodometrische Bestimmung des Ozongehaltes 125; Bestimmung in Verbrennungsrückständen von Motoren 64; in Wasser 55; in Wässern bei Ab- und Anwesenheit von aktiven Reduktionsmitteln 181; automatisierter Ofen zur Mikrobestimmung in der Elementaranalyse 288.

Schädlingsbekämpfungsmittel, Bestimmung des Ascaricids Warfarin 66; photometrische Bestimmung des Sesamingehalts von Sesaminkonzentraten 154; des Fungicids und Herbicids Pentachlorphenol 65.

Schieferöle, Bestimmung des Gehalts an Stickstoff 63.

Schilddrüse, Bestimmung des Jodgehalts in Kükenschilddrüsen 73.

Schlacken, Bestimmung des Gehalts an Mangan mittels der Persulfatmethode 130.

Schlafmittel, forensischer Nachweis von Barbitalen 464; siehe auch Barbiturate.

Schwefel, Bestimmung in Gesteinen und Erzen 298; in Pyriten und Kiesen als H_2S mittels Phosphorsäure und unterphosphoriger Säure 196, 201; in festen Brennstoffen 307; durch Elementaranalyse in Sulfanilamid 291; mikroanalytische Bestimmung in der Elementaranalyse 137; Bestimmung in vulkanisierten Gummimischungen 60; Sulfatbestimmung in Gummimischungen durch photometrische Titration 61; Gesamt- und Sulfatschwefelbestimmung in Pflanzen und Böden 152.

Schwefelkies, Bestimmung von Schwefel 196.

Schwefelkohlenstoff, Bestimmug als Kupfer(II)-diäthyldithiocarbaminat 53.

Schwefelwasserstoff, Entwicklungsapparat mit geringem Druck 288; mit hohem Druck 288.

Schwermetalle, Prüfung auf Verunreinigung pharmazeutischen Materials 384.

Schweröldestillate, Bestimmung des Gehalts an Gesamtaromaten 306.

Seife, volumetrische Bestimmung der Gesamtfettsäuren 452.

Selen, Bestimmung von elementarem Se über Bromcyan 23; jodometrische Bestimmung über Bromcyan 20.

Selenat, jodometrische Bestimmung über Bromcyan 23.

Selendioxyd, Bestimmung über Bromcyan 23.

Selenite, jodometrische Bestimmung über Bromcyan 20.

Semicarbazone, Halbmikro-Kjeldahlverfahren 290.

Senföle, Bestimmung durch Hypojodittitration 312.

Serin, papierchromatographischer Nachweis 436.

Serum, Jodbestimmung 72; Kohlendioxydbestimmung 460; Bestimmung des Eiweißgehaltes 159; von γ-Globulin 76; von Salicylat 158; Bestimmung des Gehalts an Salicylsäure 158; siehe auch biologisches Material.

Sesamin, Bestimmung in Sesamöl und Konzentraten 154.

Sesaminkonzentrate, siehe Sesamin.

Sesamöl, photometrische Bestimmung von Sesamin 154.

Siedepunkt, Zusammenstellung für Glykole und Glykolderivate 258.

Siemens-Martinschlacken, Bestimmung von CaO 302; von MnO, Al_2O_3 und P_2O_5 302.

Silber, ^{110}Ag-Isotop, Verwendung zur Bestimmung von Cr, Mo, V 280; Bestimmung von Submikrogrammengen Silber durch coulometrische Analyse 429; Verwendung von mehrwertigem Silber zur coulometrischen Ce- und Mn-Bestimmung 47.

Silberchlorid, polarographische Bestimmung in wasserfreiem Pyridin 114.

Silberdiäthyldithiocarbaminat, Verwendung zum Nachweis und zur Bestimmung von Arsen 218.

Silbernitratlösung, Verwendung zur Titration von Vanadaten 130.

Silberreduktor, Fehlerquellen beim Gebrauch 222.

Silicagel, Anwendung in der Säulenchromatographie zur Analyse von Mineralöllösungen 118; von Terpenen 119.

Silicium, colorimetrische Bestimmung in Stahl 145; spektralanalytische Bestimmung in Aluminiumlegierungen 110, 111; von Spuren in Fleisch 112.

Siliciumdioxyd, Bestimmung in Calciumcarbid 297; siehe auch Kieselsäure.

Siliciummolybdat, Herstellung einer Lösung als Hilfsmittel zur Ti-Bestimmung 146.

Silicate, Bestimmung der Alkalimetalle 302.

Sincurarin, siehe Tri-(diäthylaminoäthoxy)-1,2,3-benzoltrijodäthylat.

Smaltin, Bestimmung des Nickelgehaltes in Erzgemischen 301.

Solvoteben, Gehaltsbestimmung in pharmazeutischen Präparaten 312.

Sorbose, R_f-Wert 210.

Spektralanalyse, Berylliumbestimmung in Harn und Luft 108; Bestimmung von Ni in Co 111; von Platinmetallen 366; von Thorium in Lanthanoxyd 118; Cadmium-, Blei- und Kupferbestimmung in Zink 109; Kupferbestimmung in Duraluminium 110; Nachweisempfindlichkeit von Bleiverunreinigungen 366; spektrographische Bestimmung von Si, Fe, Zn, Mn und Mg in Al-Legierungen 110, 111; Reinheitsprüfung von Reinstmetallen, Edelmetallen 368; Bestimmung von Spurenelementen in Fleisch 112; in pflanzlichen Materialien 423; Anwendung in der Kriminalistik 365; Bedeutung moderner starker Anregungsgeräte 363; Erfordernisse für Spektrographen 364; Fortschrittsbericht über spektrochemische Geräte 363; Herstellung und Kontrolle von Kupfereichproben 365; Lichtbogenkammer zur Analyse radioaktiv-α-strahlenden Materials 368; spektrographische Berechnungen mittels Fluchtlinientafeln 363; Verfahren mit Hilgerspektrograph E 492 363; Veränderung des I.V. von Linienpaaren 364; Vergleich zwischen Spektrochemie und chemischer Analyse 365.

Spektrochemie, Spurenanalyse von Wasser 241.

Spektrograph E 492, quantitatives spektrographisches Analysenverfahren 363; siehe auch Spektralanalyse.

Spektrophotometrie, Bestimmung von Ca-Ionen in biologischem Material 155; Fluorbestimmung nach der Zirkonalizarinmethode 222; Bestimmung von organisch gebundenem Jod 385; von Kobalt mit Nitroso-R-Salz 131; von Kobalt im UV 440; von Pd mit Bromid 440; von Quecksilber mittels des Rhodankomplexes durch Abschwächung der Farbe einer Eisenrhodanidlösung 128; Nachweis und Bestimmung von Novocainhydrochlorid 389; Bestimmung von cis-Aconitsäure 443; Analyse von Carbonsäuregemischen 140; Bestimmung von Diäthylstilböstrol und Oestrogenen 79; von freiem Diphenylamin in Farbstoffauszügen 154; von Divinylacetylen in Acrylnitril 153; von Kohlenoxydhämoglobin 460; von Pentachlorphenol 65; Salicylsäurebestimmung im UV 158; Bestimmung von Strychnin und Brucin nebeneinander 317.

Sphingosin, papierchromatographischer Nachweis 436.

Spurenanalyse, spektrochemische Bestimmungen in Wasser 241.

Spurenelemente, spektralanalytische Bestimmung in Fleisch 112.

Spurenmetalle, Anreicherung bei der Wasseranalyse 243.

Stachyose, R_f-Wert 210.

Stärke, Verwendung von Röntgenstrahlen zur Herkunftsbegutachtung von

Stärke 231; Bestimmung von Maltose in konvertierter Stärke 211.

Stärkeprodukte, Wasserbestimmung mit Hilfe der DK-Methode 143.

Stahl, Kupferbestimmung 125; colorimetrische Bestimmung von Kupfer mittels Rubeanwasserstoff 147; Bestimmung des Gehalts an Mangan 145; Manganbestimmung mittels der Persulfatmethode 130; volumetrische Nickelbestimmung mittels Komplexon III 148; colorimetrische Bestimmung von Silicium 145; von freiem und gebundenem Titan 146; photoelektrische Bestimmung von Titan 145; Bestimmung von Ti, Nb, Ta 50; Titration von Wolfram 222; Bestimmung von Metallcarbiden 144; gasvolumetrische Kohlenstoffbestimmung 143; Bestimmung von Kohlenstoff in legierten Stählen 237.

Standardbedingungen, Nomogramm zur Umrechnung von Gasvolumina 287.

Staphylococcus aureus, Verwendung zur Penicillinbestimmung nach der Plattenmethode 320.

Staub, Bestimmung von freiem Kohlenstoff in Luft 371.

Stearinsäure, papierchromatographische Bestimmung 212.

Sterine, Bestimmung im Blut 462.

Stickstoff, jodometrische Schnellbestimmung 134; Abänderung der Mikrobestimmung nach Dumas-Pregl 132; Mikrobestimmung nach Dumas 289; Verbesserung des Mikroverfahrens nach Dumas 64; Kjeldahlbestimmung in N-N-, N-N-N- oder NO_2-Bindung 290; Vermeidung von Fehlern beim Kjeldahlverfahren 63; Fehler bei der Mikrobestimmung durch Luftadsorption 132; Bestimmung in Petroleum und Schieferölen 63; von nichteiweißgebundenem N im Blut 460; Ultramikrobestimmung in Gewebeschnitten 133; siehe auch Mikrostickstoffbestimmung.

„Stilbazo", Verwendung als Reagens zur colorimetrischen Bestimmung von Al bei Anwesenheit anderer Elemente 128, 129; von Al in Natur- und technologischen Produkten 129.

Stilben-4,4′,-bis-[(azo-1)-3,4-dioxybenzol]-2,2′disulfosäure, siehe „Stilbazo"

Streptomycin, colorimetrische Bestimmung 314.

Strontium, Bestimmung in Mineralwässern 451; Fällung aus homogener Lösung als Sulfat 44.

Strychnin, Bestimmung in Arzneipräparaten 317; neben Brucin 317; in pharmazeutischen Zubereitungen 316; Titration in wasserfreier Essigsäure 122.

Strychninnitrat, Titration in wasserfreier Essigsäure 122.

Styrol, titrimetrische Bestimmung 375.

Succinylsalicylsäure, colorimetrische Bestimmung von Titan 386.

Succinylsulfathiazol, acidimetrische Bestimmung 72.

Sulfacetamid, acidimetrische Bestimmung 72.

Sulfadiazin, acidimetrische Bestimmung 72.

Sulfamerazin, acidimetrische Bestimmung 72.

Sulfamezathin, acidimetrische Bestimmung 72.

Sulfanilamid, elementaranalytische Schwefelbestimmung 291.

Sulfanilsäure, Nachweis von Nitrit 89.

Sulfat, Bestimmung als Bariumsulfat nach verschiedenen Verfahren 53; Bestimmung in Gummimischungen 61; Bestimmung neben Gesamt-Schwefel in Pflanzenmaterial, Böden und Wasser 152; mikrochemische Bestimmung nach dem Chromatverfahren 412.

Sulfathiazol, acidimetrische Bestimmung 72.

Sulfatschwefel, Bestimmung in Gesteinen und Erzen 299.

Sulfid, Fällung im Analysengang mittels Ammoniumthiocarbaminat 368.

Sulfidschwefel, Bestimmung in Gesteinen und Erzen 299.

Sulfitzellstoffablauge, Bestimmung von Ligninsulfonsäure unter Verwendung von Polyglykolglucosamin 455.

Sulfonamide, mikrochemischer Nachweis 388; Titration mit Natriummethylat 388; Bestimmung im Blut 463.

Sulfosalicylsäure, photometrische Bestimmung von Titan 92.

Superphosphat, Fällung wasserlöslicher Phosphorsäure 191.

Suprifen, papierchromatographischer Nachweis 215.

Sympatol, papierchromatographischer Nachweis 215.

Tantal, Nachweis und Bestimmung mittels Morin 51; mittels Quercetin 51; Bestimmung von Titan neben Niobium 49; colorimetrische Bestimmung neben Nb und Ti 50; in Stahl und Mineralien 50; Trennung von Niobium durch Chlorierung 51.

Tartrazin XX, Einfluß auf die Katalase 270; Einwirkung auf Fermentreaktionen 26.

Teerfarbstoffe, Einwirkung auf Fermente 25, 35, 267, 352; Hemmungswirkung auf eiweißspaltende Enzyme (Magensaft) 25; auf Duodenalsaft 35; Nachweis in Fetten 446.

Testosteronpropionat, Bestimmung in öligen Lösungen 160.

3,3′-5,5′-Tetraoxymethyl-4,4′-dioxydiphenylmethan, R_f-Wert 214.

Tetraphenylborkalium, Einfluß der Wasserstoff-Ionenkonzentration auf seine Fällung 168; Bestimmung neben großem Natriumüberschuß 176.

Tetraphenylbornatrium, Fällungsmittel für K, Rb, Cs, NH_4 153, 161, 446.

Tetraphenylborverbindungen, Löslichkeit von K-, Rb-, Cs-Fällungen bei Zimmertemperatur 161.

Textbook of quantitative inorganic Analysis (Kolthoff und Sandell) 362 [L].

Thenoyltrifluoraceton, Anwendung zur kontinuierlichen Thoriumextraktion 208.

Thermistor, temperaturempfindlicher Halbleiter, Verwendung zur Kohlenoxydbestimmung in Luft 370.

Thiamin, Bestimmung in Arzneipräparaten 317.

Thiazinbraun R, Einfluß auf die Katalase 270; Einwirkung auf Fermentreaktionen 26.

Thioglykolsäure, luminescenzanalytischer Nachweis 266; Bestimmung in Kaltwellpräparaten 457.

Thiomilchsäure, luminescenzanalytischer Nachweis 264.

Thiosemicarbazid, seine Bestimmung und die seiner Derivate 312.

Thomasphosphat, Phosphorsäurebestimmung durch abgeänderte Eisencitratmethode 191.

Thorium, Fällung aus homogener Lösung 44, 45; als Jodat 44; Bestimmung im Monazitsand mittels Vanillinsäure 217; Abtrennung mittels Zimtsäure 217; Bestimmung in Magnesium mittels „Thoronol“ 238; chromatographische Bestimmung neben Uran in Erzen 117; kontinuierliche Extraktion aus radioaktiven Spaltprodukten mittels Thenoyltrifluoraceton 208.

Thoronol, siehe 1-(o-Arsonophenyl-azo)-2-naphthol-3,6-disulfonsaures Natrium 238.

Threonin, papierchromatographischer Nachweis 436.

Thrombocid, Reagens zur Titration von Eiweiß 159.

Thymol, säulenchromatographische Trennung von Carvacrol 119.

Titan, Fällung aus homogener Lösung 44; photometrische Bestimmung durch Ascorbinsäurekomplex 437; colorimetrische Bestimmung mittels Sulfosalicylsäure 92; neben Ta und Nb 50; volumetrische Bestimmung neben Nb und Ta 49; photocolorimetrische Bestimmung in Legierungen 237; polarographische Bestimmung in Al-Legierungen 205; Gesamtgehalt in Stählen 146; Bestimmung in rostfreien Stählen 146; in säurefestem Stahl 145; neben Niob und Tantal, in Stahl und Mineralien 50.

Titan(IV)-salze, Farbreaktion mit Sulfosalicylsäure 92.

Titration in wasserfreier Essigsäure, Alkali- und Erdalkalisalze organischer Säuren 122; Titration von Alkaloiden 122; von Alkaloidsalzen mit anorganischen Säuren 122; Bestimmung von Alkaloiden mittels Perchlorsäure 122; von mehreren Aminen 123; von Salzen schwacher Basen mit organischen Säuren 122; von organischen Stickstoffverbindungen 123; potentiometrische Bestimmung von Sulfanilamid 122; Bestimmung von Pyrazolonderivaten 122; von Pyridin und Homologe 123; Anwendung der Säure-Base-Titration auf Arzneimittel 121.

Titration in Dimethylformamidlösung, Bestimmung von Barbituraten und Sulfonamiden 388; siehe auch Titration in wasserfreier Essigsäure.

Tocopherol, Bestimmung durch Oxydation mittels Eisen(III)-chlorid 398; Bestimmung in Faeces 399; in Plasma 160; in Serum 398; in tierischem Material 399.

o-Tolidin, Anwendung zur Chlorbestimmung in Wasser 188.

Traité de manipulation et d'analyse des Gaz (Guérin) 108 [L].

Triäthylphosphat, Verwendung bei der Trennung Hafnium-Zirkonium aus homogener Lösung 44.

Trichloressigsäure, colorimetrische Bestimmung 227, 531.

Tri-(diäthylaminoäthoxy)-1, 2, 3-benzoltrijodäthylat, argento-elektrometrische Bestimmung 393.

Trimethylamin, Bestimmung in Cholinsalzen 375.

Trimethylolphenol, R_f-Wert 214.

Trimethylphosphat, Verwendung zur Bestimmung und Trennung von Zirkonium in homogener Lösung 44.

Trinkbranntweine und Liköre, ihre Herstellung, Untersuchung und Beschaffenheit (Wüstenfeld und Haeseler) 292 [L].

Trinkwasser, siehe Wasser.

Triosen, spektrophotometrischer Nachweis und Bestimmung 54.

Trübungsmessung, siehe Turbidimetrie.

Trypsin, Wirkungshemmung durch Teerfarbstoffe 35.

Tryptophan, Reaktion mittels Perchlorsäure 458.

Tubocain, Erfassung mittels Ionenaustausch 433.

Tüpfelreaktion, Antimonnachweis mittels Rhodanid durch Tetrajodantimonat(III)-Komplex 129; Nachweis von Nitrit mittels Chrysean 89; und halbquantitative Bestimmung von Zinn in Legierungen 371.

Turbidimetrie, Anwendung auf die Bestimmung von Benzylalkohol 139; photometrischen Trübungstitration in der Gummianalyse 61, 62; Bestimmung von Divinylacetylen in Acrylnitril 153.

Turbinenkondensat, siehe Wasser.

Tyramin, Bestimmung mittels α-Nitroso-β-naphthol 457.

Tyrosin, papierchromatographischer Nachweis 436; Bestimmung mittels α-Nitroso-β-naphthol 457; durch sein Verhalten gegen Salpetersäure 140; Trennung von Phenylalanin an Kohle durch Deutung der Adsorptionsisothermen 117.

Ultrarotabsorption, Bestimmung des Strychnins 316.

Uran, chromatographische Isolierung aus As- und Mo-haltigen Erzen 117; Bestimmung neben Thorium in Erzen 117; eines kleinen V-Gehaltes 438.

Urin, siehe Harn.

Urkunden, Registrierung analytischer Urkunden 124.

Urtiter, Verwendung von Amidosulfonsäure als Urtiter in der Alkalimetrie 285.

Usninsäure, colorimetrische Bestimmung mittels Ferrichlorid 55.

Valin, papierchromatographischer Nachweis 436; titrimetrische Bestimmung mittels Ninhydrin 141.

Vanadate, maßanalytische Bestimmung 130.

Vanadium, Bestimmung mit Hilfe von ^{110}Silberisotop 280; colorimetrische Bestimmung mittels o-Phenanthrolin 249; coulometrische Titration 430; Bestimmung neben viel Uran 438; in Heizölaschen mittels Phosphorwolframsäure 65; Titration nach chromatographischer Trennung von Mo 433.

Vanillinsäure, Reagens zur Thoriumbestimmung 217.

Veratrol, Verwendung zur Milchsäurebestimmung 157.

Verbrennungsrückstände, Sauerstoffbestimmung 64.

Verbundsäule, Anwendung in der Chromatographierung von Uran 117; Verwendung zur chromatographischen Bestimmung von Th und U in Erzen 117.

Verdrängungschromatographie, siehe Chromatographie.

Vergiftungen, Nachweis von Barbitalen in der forensischen Praxis 464.

Versen, Versenate, siehe Komplexon-(III).

Verteilungschromatographie, siehe Chromatographie.

Violarit, Bestimmung des Nickelgehaltes 301.

Visnagin, polarographisches Verhalten 69.

Vitamin A, Bestimmung mittels aktiviertem α-Dichlorhydrin des Glycerins 397; säulenchromatographische Bestimmung in Fischölen 119; Bestimmung in der Fischleber 397; in Fischleberölen 320.

Vitamin D, colorimetrische Bestimmung 397.

Wachse, einheitliche Untersuchungsmethoden 452.

Warfarin, spektrophotometrische Bestimmung 66.

Waschaktive Substanz, Bestimmung in Alkylarysulfonaten und Fettalkoholsulfonaten 454.

Waschwasser, siehe Wasser.

Wasser, Anreicherung von Spurenmetallen 243; spektrochemische Spurenanalyse 241; Bestimmung von Eisen in Roh- und Trinkwasser 234; colorimetrische Bestimmung von Magnesium über die Oxinfällung 450; Bestimmung kleiner Strontiumgehalte in Mineralwässern 451; von Chlor und Chloraminen 55; Bestimmung von Halogen in Mineralwässern 235; Chlorbindungsvermögen und Chlorzehrung in Trink-, Brauch- und Abwasser 449; colorimetrische Bestimmung von aktivem Chlor in entkeimten Wasser 188; Bestimmung von Sauerstoff mittels Cerhydroxyd 55; Sauerstoffbestimmung 181, 183; in Kesselspeisewasser 186; in Trinkwasser 187; im Turbinenkondensat 187; Bestimmung von Sulfat-Ion und Schwefel 152; Bestimmung der Wasserhärte mittels Komplexontitration 234, 448; von Cyanid in Waschwässern von Gasölcrackungsprodukten 305; Gehaltsbestimmung in Futtermitteln 233; photometrische Bestimmung des Gehalts an Pyridin 81; colorimetrische Bestimmung von Phenolen in Oberflächen- und Industriewässern 57; Bestimmung flüchtiger Phenole in Abwasser 449; Bestimmung durch DK-Methode 143; von Arsen in Meerwasser durch Neutronenaktivierung 206; p_H-Messungen mittels des p_H-Automaten 448; Feststellung der prozentischen Zusammensetzung des ternären Systems mit Methanol und Äthylenglykol 287.

Wasserstoff, Bestimmung neben Kohlenstoff durch Elementaranalyse 131; in Kohlenwasserstoff-Grubengasen 304.

Wasserstoffperoxyd, Verwendung zur manometrischen Bestimmung der Katalaseaktivität 160.

Wasseruntersuchung 55, 234, 448.

Weender Verfahren, Bestimmung der Rohfaser in Ölsaaten usw. 452.

Weichmacher, Extraktion aus Celluloseacetaten 455.

Wein, chromatographischer Nachweis von Fremdfarbstoffen 435; Abtrennung von Oxymethylfurfurol 435; Bestimmungsgerät für Alkoholgehalt 292; Bestimmung des Alkoholgehaltes 230; flüchtiger Säuren 293; von p-Oxybenzoesäureestern 387; bei Gegenwart von Obstwein 229; Unterscheidung der Mistellen von Dessertweinen 435.

Wismut, colorimetrische Bestimmung 438; Antimonbestimmung 221; Bestimmung in Blei 240.

Wismutjodid, Verwendung zur Bestimmung von Mercaptoimidazolen 313.

Wofatit KS, Ionenaustauscher bei der Schwefelanalyse in Kautschuk 60.

Wolfram, Nachweis als Thiocyanatkomplex 221; potentiometrische Bestimmung 221; Titration in Stahl 222.

Xanthinderivate, Titration in wasserfreier Essigsäure 122.

Xylose, R_f-Wert 210.

Yttrium, Fällung aus homogener Lösung 44.

Zement, colorimetrische Bestimmung von Magnesium mit Brillantgelb 57.

Zimtsäure, Verwendung zur Thoriumbestimmung 217.

Zink, Fällung aus homogener Lösung 44; Fällungsbedingungen mit Kupferron 8; Bestimmung von Mikrogrammmengen mittels des Dithizonverfahrens 47; titrimetrische Schnellbestimmung in Aluminium 15; in Aluminiumlegierungen 15, 17; potentiometrische Bestimmung als Cyanoferrat in

Al-Legierungen 149; spektralanalytische Bestimmung in Al-Legierungen 111; Antimonbestimmung 221; Bestimmung des Cadmiumgehaltes 127; Bestimmung von Cd, Pb und Cu durch Spektrographie in metallischem Zn 109; von Kupfer 239; Bestimmung in Lithopone durch Komplexontitration 285; als Metall neben -oxyd und -chlorid 58; colorimetrische Bestimmung in Nickel 373; Bestimmung in Zinkweiß neben Blei durch Komplexontitration 285; von Zn-Verbindungen in komplexen Produkten 298; in Zinkaluminat 298; in Zinkferrit 298; von reinem Zinkgehalt 298; in Zn-Cu-Legierung 298; von Zinkoxyd 298; in Zinksilikat 298; in Zinksulfat 298; in Zinksulfid 298; Trennung von Kobalt durch Elektrolyse 126; spektralanalytische Spurenbestimmung in Fleisch 112; Bestimmung in Pflanzen 380; nach der Ferrocyanidmethode in Erzen und Anreicherungsprodukten 151.

Zinkaluminat, Bestimmung in komplexen Zinkprodukten 298.

Zinkchlorid, Bestimmung neben Zink und Zinkoxyd in Galvanisierrückständen 58.

Zinkdibenzyldithiocarbaminat, colorimetrische Bestimmung von Kupfer 62.

Zinkferrit, Bestimmung in komplexen Zinkprodukten 298.

Zink-Kupfer-Legierung, Bestimmung in komplexen Zinkprodukten 298.

Zinkoxyd, Bestimmung von Blei- und Zinkgehalt mittels Komplexon 285; Bestimmung in Galvanisierrückständen 58; in komplexen Zinkprodukten 298; in Zinkstaub 58; polarographische Bestimmung in Luft 112.

Zinksilicat, Bestimmung in komplexen Zinkprodukten 298.

Zinkstaub, Bestimmung von Zinkoxyd neben metallischem Zink 58.

Zinksulfat, Bestimmung in komplexen Zinkprodukten 298.

Zinksulfid, Bestimmung in komplexen Zinkprodukten 298.

Zinkweiß, siehe auch Zinkoxyd.

Zinn, Fällung aus homogener Lösung 44; Antimonbestimmung 221; Elektrolyse seiner Chlorverbindungen 408; Bestimmung des As- und Sb-Gehalts 239; polarographische Bestimmung in metallischem Blei und Bleielektrolyt 113; Bestimmung in kupferhaltigen Legierungen 149; Nachweis und halbquantitative Bestimmung in Mg- und Al-Legierungen 371.

Zinnlegierungen, Bestimmung von Beryllium 151; Bestimmung Sn in Si-haltigen Bronzen 150.

Zinn(IV)-salze, elektrolytische Abscheidung des Zinns 408.

Zinn(IV)-sulfid, Mitfällung von Kobaltsulfid 437.

Zirkonium, Fällung aus homogener Lösung 44; als Arsenat 45; als Jodat 44; durch Metaphosphorsäure 44; durch Trimethylphosphat 44; Trennung von Hafnium durch fraktionierte Fällung in homogener Lösung 44.

Zirkonalizarinmethode, spektrophotometrische Bestimmung von Fluor 222.

Zucker, Bestimmung in Blätterextrakten nach Klärung durch Ionenaustausch 382; Reaktion mit Carbazol 54; titrimetrische Bestimmung des Blutzuckers 75.

Druckfehlerberichtigung.

In dem Referat G. L. Mills „Die colorimetrische Bestimmung von Trichloressigsäure", diese Z. **139**, 227 (1953), fehlt das Literaturzitat. Es soll heißen: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **7**, 70 (1952). Courtauld Inst. of Biochemistry, Middlesex Hosp., London W. 1.